

UNIVERSITÉ DE NANCY I

ÉTUDE DU MÉCANISME DE LA FORMATION DE LA MARTENSITE
DANS CERTAINS ALLIAGES FER-CARBONE-NICKEL
ET FER-CARBONE-SILICIUM

—♦♦—

THÈSE

présentée devant l'Université de Nancy I
pour obtenir le Grade de Docteur ès Sciences
(Mention Sciences Appliquées)

par

Gérard MÉTAUER

*Licencié ès Sciences Appliquées
Assistant à l'Université de Nancy I*

soutenue le 29 Décembre 1972, devant la Commission d'Examen

—♦♦—

JURY :

Monsieur le Professeur R. FAIVRE	<i>Président</i>
Monsieur le Doyen J. AUBRY	} <i>Examineurs</i>
Monsieur le Professeur J. PROTAS	
Monsieur J.-M. SCHISSLER	
Monsieur P. DETREZ	<i>Invité</i>

1972

N° d'enregistrement du Centre de Documentation du C.N.R.S. : A.O. 8018

UNIVERSITÉ DE NANCY I

**ÉTUDE DU MÉCANISME DE LA FORMATION DE LA MARTENSITE
DANS CERTAINS ALLIAGES FER-CARBONE-NICKEL
ET FER-CARBONE-SILICIUM**

—♦♦—
THÈSE

présentée devant l'Université de Nancy I
pour obtenir le Grade de Docteur ès Sciences
(Mention Sciences Appliquées)

par

Gérard MÉTAUER

*Licencié ès Sciences Appliquées
Assistant à l'Université de Nancy I*

soutenue le 29 Décembre 1972, devant la Commission d'Examen

—♦♦—
JURY :

Monsieur le Professeur R. FAIVRE	<i>Président</i>
Monsieur le Doyen J. AUBRY	} <i>Examineurs</i>
Monsieur le Professeur J. PROTAS	
Monsieur J.-M. SCHISSLER	
Monsieur P. DETREZ	<i>Invité</i>

1972

N° d'enregistrement du Centre de Documentation du C.N.R.S. : A.O. 8018

A MON MAITRE

Monsieur le Professeur René FAIVRE

Hommage respectueux et profondément reconnaissant



THESE

IN ELECTRONIC FORM

ONCE CATALOGED WITHOUT FURTHER ACTION

DATE OF RECEIPT OF THE ORIGINAL OF THE ORIGINAL

UNIVERSITY OF LEIDEN

A MES PARENTS

A MON FRERE



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41550814_0012

AVANT - PROPOS

Qu'il nous soit permis d'exprimer à notre Maître, Monsieur le Professeur René FAIVRE, Directeur du Laboratoire de Métallurgie, notre sincère gratitude pour sa bienveillante attention et la grande confiance qu'il n'a cessé de nous accorder ; non seulement il nous a appris, à travers sa personne, beaucoup de qualités humaines, mais il nous a guidé par ses conseils éclairés. Nous sommes particulièrement sensible à l'honneur qu'il nous a fait en acceptant de prendre la présidence de notre soutenance de thèse.

Monsieur le Doyen J. AUBRY et Monsieur le Professeur J. PROTAS ont accepté avec beaucoup d'amabilité d'examiner notre travail et de faire partie de notre Jury. Sensible à cet honneur, nous les prions de bien vouloir agréer l'expression de notre profonde reconnaissance.

Nous tenons à remercier notre ami, J.M. SCHISSLER, Docteur ès Sciences Physiques, Maître-assistant à l'Université de Nancy I qui nous a initié à la recherche et a dirigé notre travail en nous faisant bénéficier de son expérience. Nous lui sommes reconnaissant pour les nombreux conseils qu'il n'a cessé de nous prodiguer au cours de nos discussions journalières.

Nous adressons nos plus vifs remerciements à Monsieur P. DETREZ, Chef de Division au C.T.I.F., Président de la Commission internationale des Aciers moulés qui a accepté de venir à Nancy pour se joindre à notre Jury de Thèse.

INTRODUCTION

Depuis la fin du XIX^{ème} siècle, le mécanisme de durcissement des alliages fer-carbone, par refroidissement rapide, a toujours intrigué les métallurgistes et les physico-chimistes.

Dès 1890, Howe (1) l'expliquait par la formation à une certaine température (A_1) d'une nouvelle phase nommée "hardenite". En anglais, harden signifie durcir. A cette période, la possibilité d'une transformation au cours d'un refroidissement rapide n'apparaissait pas. Donc, la phase hardenite de haute température ne se transformant pas au moment de la trempe était responsable du durcissement des aciers à la température ambiante.

En l'honneur d'Adolph Martens, en 1895, Floris Osmond baptisa "martensite", le plus dur des constituants de l'acier. A partir de cette époque Howe utilisa le terme martensite.

C'est en 1903 que Howe (2) admit, pour la première fois, l'hypothèse d'une possibilité de transformation du constituant de haute température au cours d'un refroidissement rapide. L'austénite se transforme par trempe, en martensite.

Depuis cette période, l'intérêt suscité par la transformation martensitique n'a fait que croître. Le problème a été abordé sous tous ses aspects : métallographique, cinétique, thermodynamique et cristallographique. Cette transformation a été mise en évidence non seulement dans les aciers mais aussi dans d'autres

Nos remerciements vont aussi à Monsieur A. PIANELLI, Maître de Recherches au C.N.R.S. sans lequel ce travail n'aurait pu être mené à bien. Inlassablement et avec amabilité, pendant plusieurs mois, il a consacré son temps à la rédaction et à la mise au point du programme de calcul sur ordinateur .

Nous remercions également tous nos camarades, chercheurs et techniciens du laboratoire et en particulier Bernard et Jean-Claude VIGNERON qui, toujours disponibles, ont su nous aider efficacement dans de nombreuses circonstances.

Nous n'oublierons ni Madame NOBLE, ni Bernard COLLERET qui ont mis tous leurs soins à reproduire les différents documents de notre mémoire de thèse.

La diffusion n'intervenant pas dans les processus mis en jeu dans la transformation martensitique, très tôt les chercheurs ont été amenés à trouver des modèles cristallographiques susceptibles de rendre compte, le mieux possible, de la transformation.

Une première explication fut donnée par Bain (10). Ce modèle ne fait pas intervenir de cisaillement et en fait, il ne permet pas de prévoir les relations d'orientation exactes entre la phase mère et le produit (figure 1)

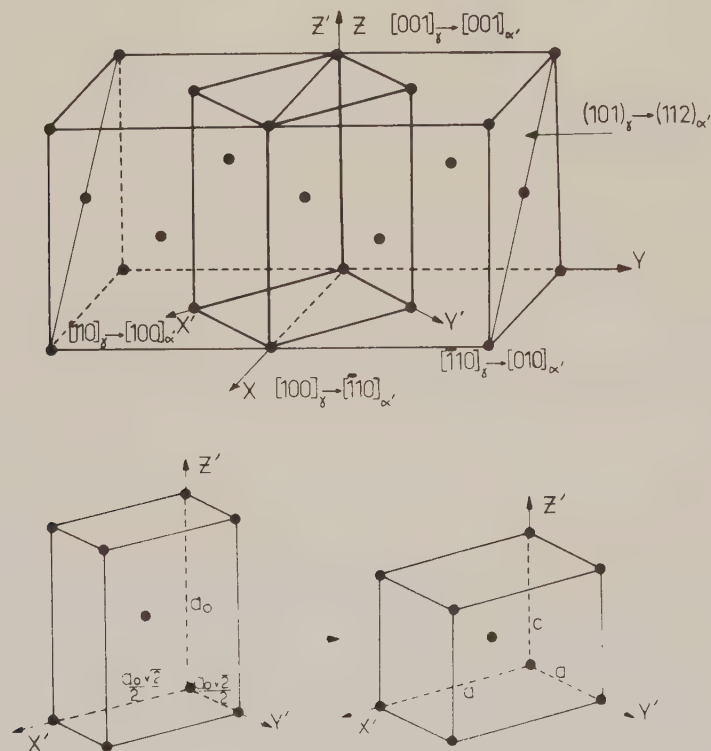


FIGURE 1

Modèle de Bain. La maille quadratique centrée peut être déduite de la maille cubique à faces centrées par une contraction de l'ordre de 17 % d'un des axes de l'austénite et une dilatation de l'ordre de 12 % dans le plan qui lui est perpendiculaire.

alliages. De plus, il est apparu qu'il existait plusieurs formes de martensite.

Aujourd'hui nous appelons transformation martensitique de type "athermique" une transformation qui répond aux critères suivants :

- elle se produit sans diffusion. Cela implique d'une part que la martensite et l'austénite mère ont la même composition, et d'autre part que la croissance d'une aiguille est rapide (vitesse sonique)

- cette transformation débute à une certaine température M_s constante pour un alliage homogène donné. La température M_s de début de transformation n'est fonction que de la composition de l'alliage. Différentes relations empiriques entre la composition et la température M_s ont été données (3, 4, 5, 6). La plus récente est due à K.W. Andrews :

$$M_s (^{\circ}\text{C}) = 539 - 423 \times \%C - 30,4 \times \%Mn - 17,7 \times \%Ni - 12,1 \times \%Cr - 7,5 \times \%Mo$$

Nous nous apercevons que tous les éléments d'alliage abaissent la température M_s sauf l'aluminium et le cobalt (4). Le carbone a l'effet le plus important. En réalité, pour un alliage homogène donné, M_s varie à la fois avec le traitement de haute température et avec la vitesse de trempe. La température M_s croît régulièrement avec la température d'austénitisation. La variation n'est pas négligeable; elle est de 40°C quand la température d'austénitisation passe de 800 à 1200°C (7, 8). La variation avec la vitesse de trempe semble moins importante et n'intervient, de toute façon, que pour des vitesses de trempe supérieures à $5.000^{\circ}\text{C/sec}$. pour des alliages fer-carbone et à $10.000^{\circ}\text{C/sec}$. pour des alliages fer-carbone-X (9, 9') (où X représente un ou plusieurs des éléments Mn, Ni, Cr).

- la transformation se produit avec cisaillement. Le cisaillement du réseau de la phase mère d'austénite et l'augmentation de volume ($\Delta V \# 1,04$) produisent des contraintes entre le produit martensitique et l'austénite non transformée résiduelle. Ces distorsions se traduisent par la déformation de la surface plane d'un échantillon préalablement poli (effet de relief).

Kurdjumov et Sachs (11) proposent un mécanisme faisant intervenir un cisaillement simple du réseau de l'austénite. Le plan d'accrolement serait alors l'un des plans $\{111\}$ de l'austénite. Malheureusement, Greninger et Troiano ont observé expérimentalement un plan d'accrolement $\{225\}_\gamma$ (12). Le mécanisme K.S. a cependant le mérite d'expliquer de façon satisfaisante les relations d'orientation (*figure 2*)

$$\begin{aligned}(111)_\gamma & // (011)_\alpha, \\ [\bar{1}01]_\gamma & // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha, \\ [1\bar{2}1]_\gamma & // [2\bar{1}1]_\alpha,\end{aligned}$$

Pour Greninger et Troiano (12, 13) "il est impossible de transformer un réseau cubique à faces centrées en un réseau quadratique centré par un seul cisaillement". Ces auteurs font intervenir un premier cisaillement homogène suivant un plan non rationnel qui est le plan d'accrolement suivi d'un second cisaillement "invisible" parallèlement au plan (112) de la martensite. Le réseau final est obtenu par quelques réajustements mineurs. Ce modèle permet de prévoir à la fois les relations d'orientation, le plan d'accrolement non rationnel et bien sûr la structure finale de la martensite. Les mouvements des atomes sont alors très complexes. Il

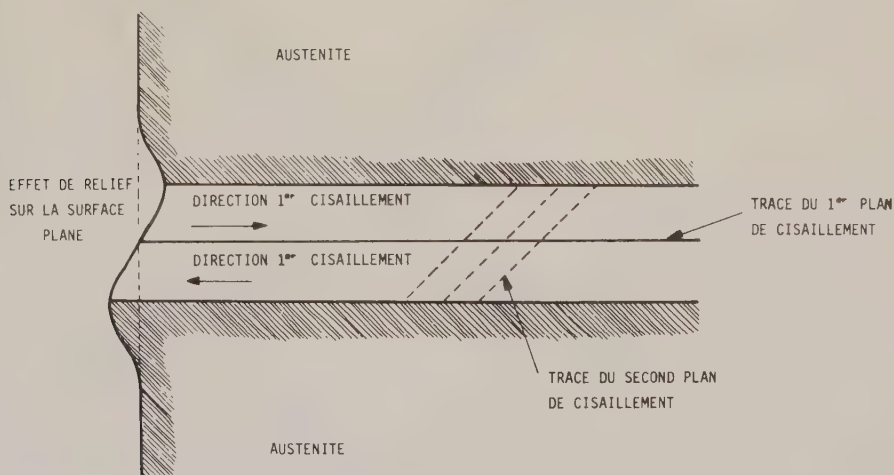


FIGURE 3

Mécanisme de formation d'une plaquette de martensite (13).

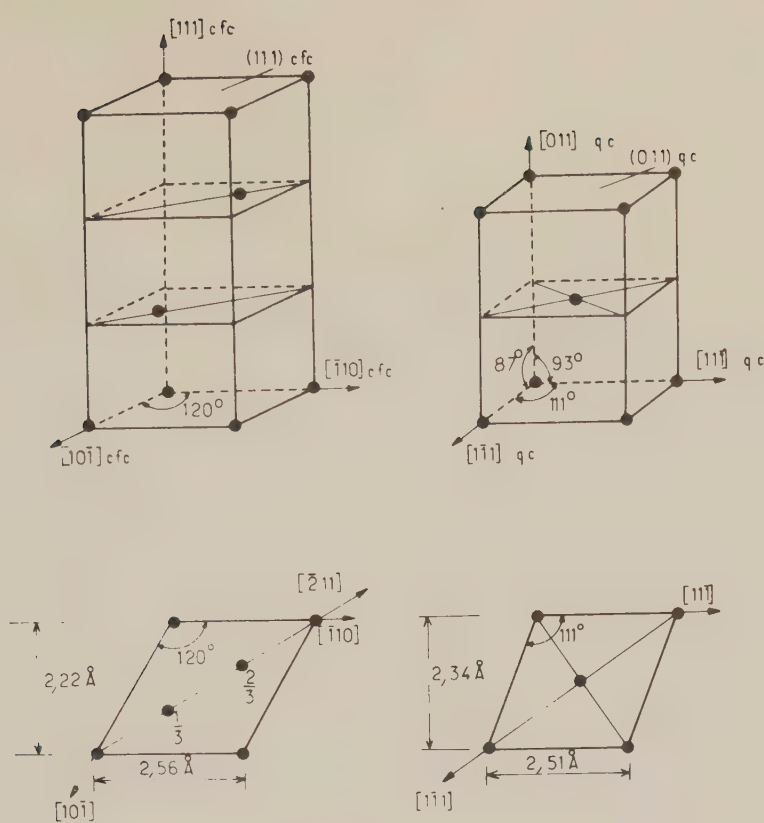


FIGURE 2

Modèle de Kurdjumov et Sachs.

La structure cubique à faces centrées de l'austénite peut-être représentée par un réseau rhomboédrique comportant trois atomes de fer dans les positions (000) , $(\frac{2}{3} \frac{1}{3} \frac{1}{3})$, $(\frac{1}{3} \frac{2}{3} \frac{2}{3})$.

La structure q_c de la martensite peut-être représentée par une maille triclinique.

Le passage de la maille cubique à faces centrées à la maille quadratique se fait de la façon suivante :

- glissement des plans $\{111\}$ de l'austénite parallèlement à la direction $[\bar{2}11]_\gamma$
- glissement des plans $\{11\bar{2}\}$ de l'austénite parallèlement à la direction $[\bar{1}\bar{1}0]$. L'angle du parallélogramme passe de 120° à 111° .
- légères modifications de la position des atomes.

Le plan d'accrolement $\{225\}_{\gamma}$ est observé dans les aciers contenant de 0,4 % à 1,4 % de carbone en poids tandis que le plan d'accrolement $\{259\}_{\gamma}$ est observé dans les aciers ayant plus de 1,4 % de carbone en poids. Le plan d'accrolement $\{3\ 10\ 15\}_{\gamma}$ a été, pour la première fois, observé par Greninger et Troiano dans un acier allié Fe - 22 % Ni - 0,8 % C.

Il semble que le passage d'un type de plan d'accrolement à l'autre ne soit pas en réalité fonction du pourcentage de carbone contenu dans l'alliage. Mehl et Van Winkle (22) ont en effet montré que, pour des aciers ayant une composition donnée, il y avait présence simultanée des deux plans d'accrolement $\{225\}_{\gamma}$ et $\{259\}_{\gamma}$. La fréquence d'apparition d'un plan donné varie avec la température de formation de la martensite (figure 4).

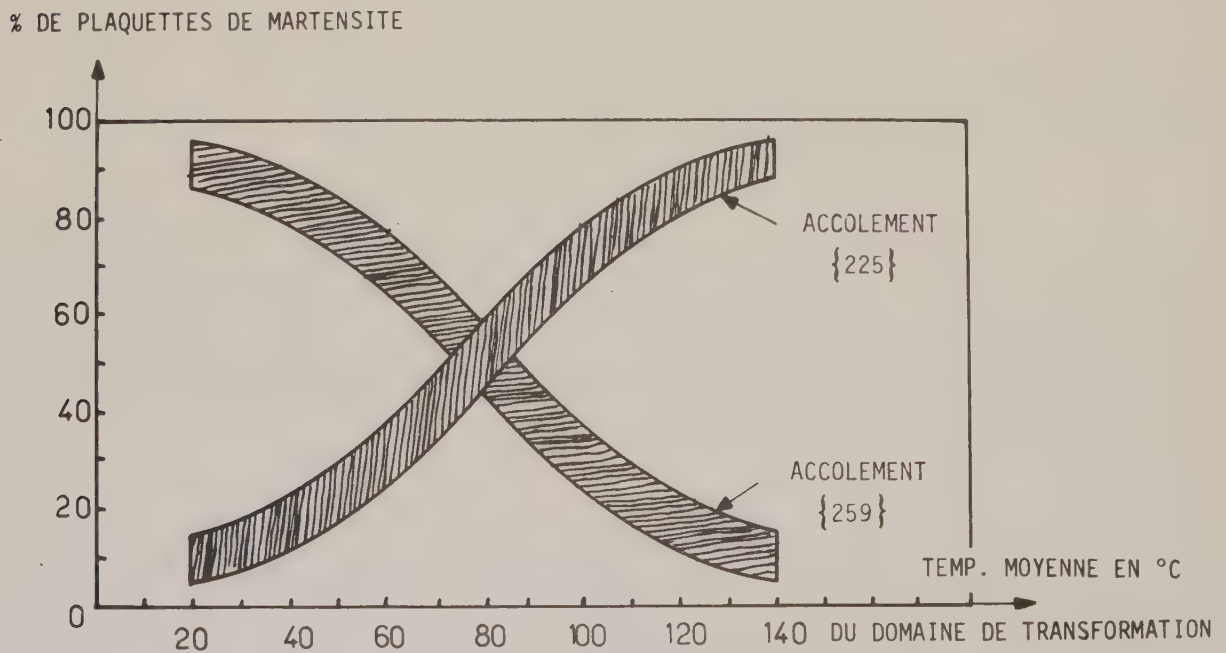


FIGURE 4

Répartition des plans d'accrolement en fonction de la température moyenne de transformation.

n'est pas possible d'en faire une représentation géométrique. Greninger et Trojano réalisèrent l'étude des différents cisaillements par projection stéréographique, méthode qui simplifie considérablement la compréhension du phénomène (*figure 3*) .

Jawson et Wheeler (14), les premiers, étudièrent analytiquement la transformation de l'austénite en martensite. Différents développements mathématiques suivirent. Les plus intéressants furent proposés par Wechsler, Lieberman et Read (15, 16), Bowles et Mackenzie (17, 18, 19), Suzuki (20) et Franck (21). Nous y reviendrons au cours de notre travail.

Toutes ces théories tentent d'expliquer les différentes données expérimentales : plans d'accrolement et relations d'orientation. Dans les alliages fer-carbone ou fer-carbone-X, où X représente généralement l'un ou plusieurs des éléments Mn, Ni, Cr, on observe principalement les trois types de plans d'accrolement :

$\{225\}_{\gamma}$ associé aux relations d'orientation de

$$\begin{array}{ll} \text{Kurdjumov-Sachs (K.S.)} & (111)_{\gamma} // (011)_{\alpha}, \\ & [\bar{1}01]_{\gamma} // [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha}, \\ & [1\bar{2}1]_{\gamma} // [2\bar{1}1]_{\alpha}, \end{array}$$

$\{259\}_{\gamma}$ associé aux relations d'orientation de

$$\begin{array}{ll} \text{Nishiyama-Wasserman (W.N.)} & (111)_{\gamma} // (011)_{\alpha}, \\ & [\bar{1}\bar{1}2]_{\gamma} // [0\bar{1}1]_{\alpha}, \\ & [1\bar{1}0]_{\gamma} // [100]_{\alpha}, \end{array}$$

$\{3\ 10\ 15\}_{\gamma}$ associé aux relations d'orientation de

$$\begin{array}{ll} \text{Greninger-Trojano (G.T.)} & (111)_{\gamma} \text{ à } 1^{\circ} \text{ de } (011)_{\alpha}, \\ & [\bar{1}\bar{1}2]_{\gamma} \text{ à } 2^{\circ} \text{ de } [0\bar{1}1]_{\alpha}, \\ & [1\bar{1}0]_{\gamma} \text{ à } 2^{\circ} \text{ de } [100]_{\alpha}, \end{array}$$

Enfin, le rapport d'axes $\frac{c}{a}$ de la maille quadratique centrée de la martensite est fixé par la mesure des paramètres réticulaires. Bien que des erreurs entachent les mesures expérimentales, ces dernières ne rendent pas compte de la dispersion des pôles des plans d'accolement autour des positions moyennes $\{225\}_\gamma$, $\{259\}_\gamma$ et $\{3\ 10\ 15\}_\gamma$. La dispersion latérale s'explique, selon Bowles-Mackenzie (35), en introduisant un certain paramètre $\underline{\delta}$ qui traduit une distorsion de l'interface austénite-martensite. De toute façon, cette théorie, souvent contestée, n'apporte aucune solution au problème posé par la variation des pôles perpendiculairement aux lignes où le rapport d'axes $\frac{c}{a}$ est constant (figure 5).

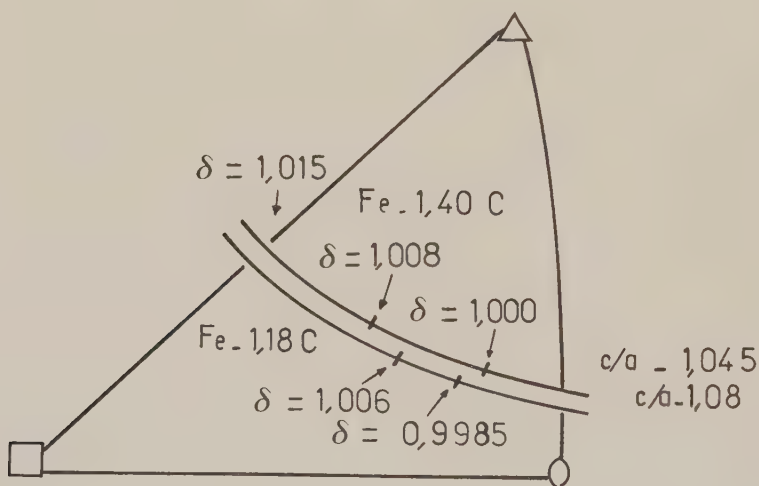


FIGURE 5

Variation théorique du plan d'accolement avec le paramètre δ et le rapport d'axes c/a de la martensite.

Notre étude a donc pour buts principaux :

- de définir la microstructure de la martensite
- d'interpréter le passage d'un type de plan d'accolement à un autre sans toutefois négliger les autres données cristallographiques
- d'expliquer la présence simultanée de plusieurs types d'interface
- de rechercher la cause de la dispersion des pôles des normales aux plans d'accolement autour des positions moyennes $\{3\ 10\ 15\}_\gamma$, $\{259\}_\gamma$ et $\{225\}_\gamma$.

Les résultats de Mehl et Van Winkle nous amènent à nous poser , dès à présent, deux questions :

- comment expliquer le passage d'un plan d'accrolement du type $\{225\}_{\gamma}$ observé dans les martensites dont la température de début de formation se situe au-dessus de 140°C , au plan d'accrolement du type $\{259\}_{\gamma}$ prédominant dans les martensites formées au voisinage de la température ambiante ?

- pourquoi, dans le cas de transformations à des températures intermédiaires, les deux types de plans d'accrolement sont-ils présents simultanément ?

Greninger et Troiano (12, 13) font intervenir un second cisaillement "invisible" sur un plan $\{112\}$ et dans une direction $\langle 111 \rangle$ du réseau quadratique centré de la martensite. Grâce aux progrès réalisés en microscopie électronique par transmission, Pitsch (23), le premier, puis Kelly et Nutting (24, 25) prouvèrent l'existence de fines macles $\{112\}_{\alpha}$, dans des alliages Fe-N et Fe-C. Ces résultats expérimentaux venaient confirmer les suppositions de Greninger et Troiano.

De nombreux auteurs se sont ensuite penchés sur le problème de la structure interne des aiguilles de martensite. Les travaux les plus récents sont dus notamment à Wayman (26, 27), Magée (28), Thomas (29, 30, 31, 32), Hirsch (33) et Nutting (34). Tous s'accordent sur le fait que la microstructure de la martensite est très complexe.

En fait, les microstructures observées dans la martensite n'ont jamais été véritablement reliées à sa formation. Si le maillage $\{112\}_{\alpha}$, explique bien la cristallographie des martensites à plan d'accrolement $\{3\ 10\ 15\}_{\gamma}$, il n'explique en aucun cas les résultats expérimentaux concernant les autres types d'interface. Il est donc nécessaire de définir sans ambiguïté la microstructure de la martensite. Si des défauts, autres que le maillage $\{112\}_{\alpha}$, sont mis en évidence, nous chercherons alors à déterminer leurs rôles respectifs dans la formation d'une aiguille de martensite.

amène la présence d'une famille d'austénite à température M_s variable.

Nous avons ainsi été amené à étudier un alliage fer-nickel-carbone à 10 % de nickel et 1,2 % de carbone en poids. Bien que les aciers alliés en nickel aient été souvent étudiés, cette composition n'a pas fait l'objet de recherches dans le domaine qui nous concerne.

Nous avons choisi d'étudier préalablement un alliage dont la température M_s se trouve au voisinage de la température ambiante. Toutes les aiguilles de martensite se formeront dans l'intervalle de température M_s - ambiante, c'est-à-dire dans un domaine très restreint. Cette condition nous permettra d'ailleurs de n'avoir que peu de martensite dans une matrice d'austénite non transformée, ce qui facilitera son étude. Afin que le rapport d'axes $\frac{c}{a}$ de la maille quadratique de la martensite ait une valeur appréciable, nous avons fixé le taux de carbone à 1,2 % en poids.

Aucune transformation de l'austénite, en cours de refroidissement, ne doit venir perturber la transformation martensitique de l'alliage. Les courbes TTT d'un acier XC 120 nous indiquent que nous ne disposons que de 3 secondes à 500°C. Pour disposer d'un temps plus important et pour ajuster M_s au voisinage de la température ambiante, nous pouvons utiliser le manganèse, le nickel ou le chrome qui sont des éléments d'addition classiques dans les aciers.

Etant donné l'extrême difficulté d'obtenir, par polissage électrolytique, des lames ultra-minces sur l'alliage fer-manganèse-carbone, nous avons abandonné provisoirement son étude. Les aciers à haut taux de chrome n'ont pas été utilisés car ils présentent de nombreux inconvénients. Non seulement l'homogénéisation y est très difficile, et cela est important pour l'obtention d'un alliage à température M_s unique, mais aussi Wayman et Oka (36) y ont décelé la présence d'une martensite à morphologie très spéciale.

Afin d'étudier la transformation martensitique d'une austénite homogène, il est nécessaire d'homogénéiser l'alliage à haute température et d'en favoriser le grossissement de grain. Enfin, si on veut pouvoir procéder à l'élaboration correcte de lames minces, il est judicieux d'avoir un alliage peu sujet aux tapures de trempe. Le nickel est l'élément qui répond le mieux à toutes ces exigences. Son seul inconvénient est qu'il ralentit le grossissement du grain austénitique. Afin de pallier cet inconvénient, nous avons prolongé le temps de maintien à haute température. Le seul risque que nous avons alors à éviter est la décarburation qui

CHAPITRE I

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

I - ELABORATION DES ALLIAGES

Les différents alliages sont préparés à partir de fer ex-carbonyl, de carbone pour analyse spectrographique, de nickel ou de silicium.

Les teneurs en impuretés sont les suivantes :

Fer	: carbone 0,04 % - azote 0,022 % - oxygène 0,22 %
Carbone	: traces de Ca, Mg, Si, Cu et Fe
Nickel	: moins de 0,02 % d'impuretés
Silicium	: moins de 0,01 % d'impuretés

Lorsque tous les constituants sont en poudre (cas des alliages Fe-Si-C), les mélanges sont brassés puis compactés sous une charge de 20 tonnes. La fusion est effectuée, sous vide primaire, dans un four à induction. Après une bonne homogénéisation du liquide, la coulée est faite sous vide dans une lingotière en fonte.

Dans le cas des alliages Fe-Ni-C, l'addition de nickel en plaquettes est faite lorsque l'alliage de base Fe-C est liquide. Une bonne homogénéisation est obtenue par maintien prolongé en phase liquide ainsi que par le brassage énergétique dû à la conception même du four à induction. La coulée de cet alliage est identique à celle des alliages Fe-Si-C.

Les lingots obtenus ont une section de $30 \times 25 \text{ mm}^2$ et la zone de retassure est faible.

Les analyses chimiques ont été faites par le laboratoire du Centre de Recherches de Pont-à-Mousson. Les deux types d'alliages que nous avons retenus ont pour composition (en poids) :

Fe-Ni-C	1,15 % C	9,87 % Ni
Fe-Si-C	1,10 % C	3,9 % Si

Afin d'éviter le risque de ségrégations, nous n'avons étudié que des échantillons prélevés dans des zones très éloignées de la retassure.

II - TRAITEMENTS THERMIQUES

1 - Austénitisation et homogénéisation

Quel que soit le type d'alliage étudié, Fe-Ni-C ou Fe-Si-C, la température d'austénitisation est fixée à 1140°C . Ce choix nous a été imposé pour diverses raisons : non seulement ces aciers ont une grande aptitude à la graphitisation mais ils sont aussi fortement hypereutectoïdes (*figures 6 et 7*).

Compte-tenu du taux et de la nature des éléments d'alliage, la fourchette des températures d'austénitisation est relativement restreinte. Bien que l'action graphitisante du nickel soit inférieure à celle du silicium, la montée en température dans le domaine gamma doit être rapide dans les deux cas. Une mise en température rapide a pu être obtenue en utilisant des plaquettes d'épaisseur inférieure à 2 mm placées dans un tube laboratoire porté à 1140°C sous vide. Nous n'avons jamais observé de début de graphitisation ni à coeur ni en surface (37). De plus, le passage rapide dans l'intervalle $\text{Ac}_1 - \text{Ac}_m$ n'entraîne pas une déformation décelable sur des échantillons d'une telle dimension.

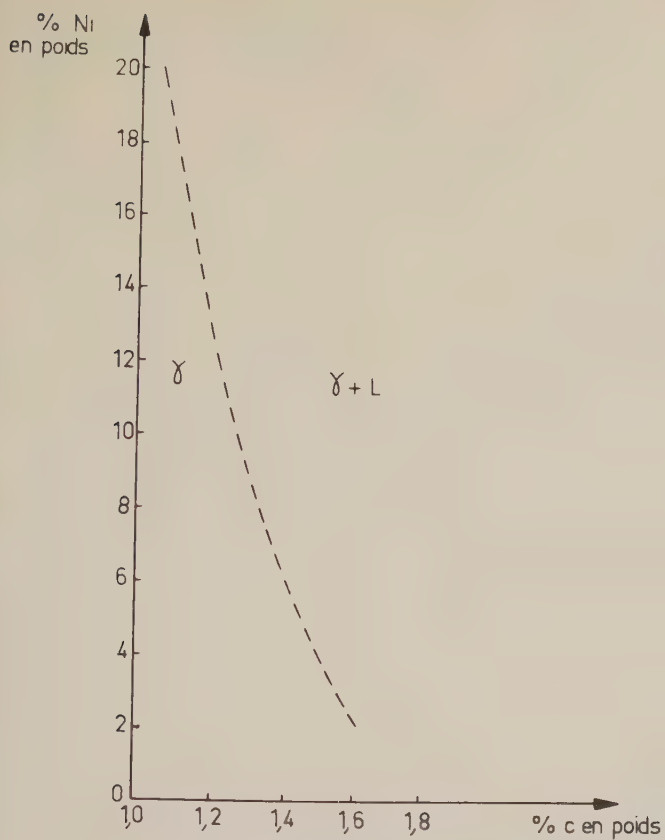


FIGURE 6

Influence du nickel sur le taux de saturation en carbone dans l'austénite à 1150°C.

(d'après E.C. Bain et H.W. Paxton - 79).

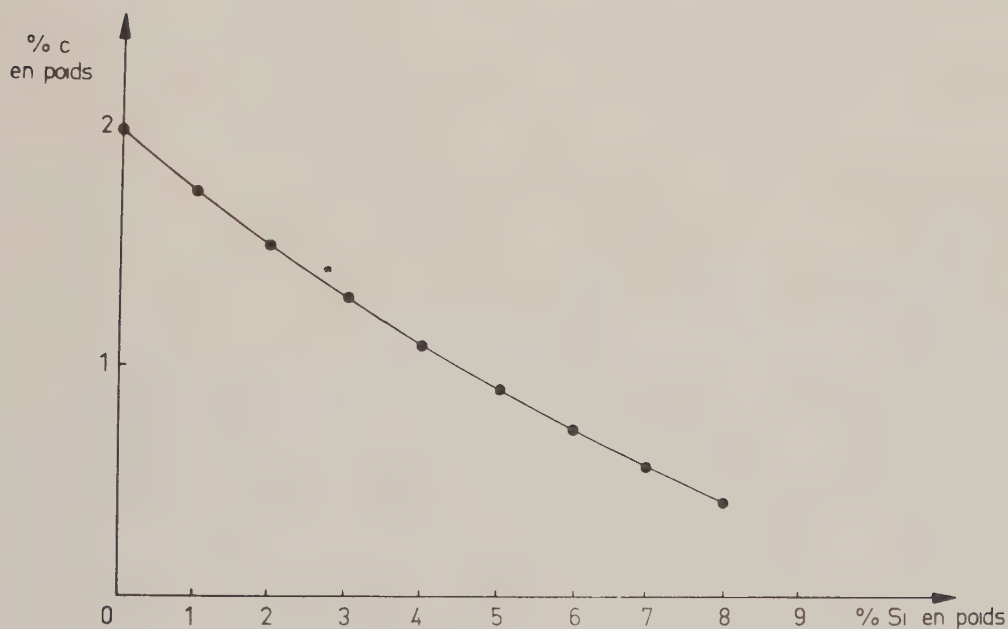


FIGURE 7

Influence du silicium sur la solubilité maxima du carbone dans l'austénite à la température eutectique.

(d'après E. Schürmann et J. Hirsch - 80)

III - OBSERVATIONS MICROSCOPIQUES

1 - Microscopie optique

Les plaquettes sont polies par abrasion mécanique sous eau puis par polissage électrolytique à une température voisine de 0°C. Cette préparation des surfaces est justifiée par le fait qu'un polissage sur feutres diamantés provoque un revenu superficiel de la martensite. Dans le cas des échantillons destinés à l'observation de l'effet de relief, les plaquettes sont polies avant austénitisation, homogénéisation et trempe.

Les différentes structures sont mises en évidence par attaque chimique. Les réactifs employés sont les suivants :

- nital à 4 % (4 ml d'acide nitrique dans 96 ml d'alcool éthylique) dans le cas des alliages Fe-Si-C
- réactif de Vilella (39) (1 g d'acide picrique et 5 ml d'acide chlorhydrique dans 100 ml d'alcool éthylique) dans le cas des alliages Fe-Ni-C

Suivant la nature du réactif utilisé, la martensite peut être colorée différemment. Ainsi, dans les alliages Fe-Ni-C, le réactif de Vilella met en évidence une martensite de couleur gris foncé alors que le nital à 4 % ne révèle pas la structure de trempe. Dans le cas des alliages Fe-Si-C, une attaque au nital à 4 % contraste très bien la martensite qui apparaît en blanc sur un fond gris d'austénite non transformée.

Dans tous les cas, les échantillons ont été observés :

- soit en lumière naturelle (structure et déplacement des rayures)
- soit en lumière polarisée (macles)
- soit en contraste interférentiel (effet de relief).

L'homogénéisation est obtenue par un maintien d'une heure à 1140°C. La taille des grains austénitiques est uniforme. Après un maintien d'une heure à haute température, nous obtenons une austénite dont la température M_s de début de transformation est unique. Ce critère nous permet d'affirmer l'absence de ségrégation de nickel ou de silicium à, fortiori de carbone.

2 - Trempe

Afin de pouvoir observer les effets de relief dus à la transformation martensitique, nous avons utilisé le dispositif déjà présenté par J.M. Schisler (38). Grâce à cet appareillage, l'échantillon ne subit aucun contact prolongé avec l'atmosphère. Nous évitons ainsi toute trace d'oxydation sur un échantillon préalablement poli.

Dans tous les cas, les vitesses de trempe permettent d'éviter les domaines de transformation perlitique ou bainitique. Les alliages Fe-Si-C subissent une trempe étagée qui consiste en un premier maintien à 420°C durant 50 minutes dans un bain de plomb suivi d'une trempe à - 5°C dans de la saumure. Les échantillons sont ensuite trempés à l'azote liquide.

Les alliages Fe-Ni-C subissent directement une trempe de type martensitique. Afin d'éviter une déformation importante de l'échantillon, nous n'avons pas immergé directement les échantillons dans de la saumure. L'éloignement des nez perlitique et bainitique permet d'utiliser une vitesse de refroidissement faible jusqu'à une température légèrement supérieure à M_s suivie d'une trempe brutale à l'ambiante. Le relachement des contraintes thermiques avant la transformation martensitique et la température M_s légèrement supérieure à l'ambiante nous ont permis non seulement de conserver la planéité de l'échantillon mais aussi d'éviter un "self tempering".

Les plaquettes destinées à l'analyse radiocristallographique ont une surface voisine de 600 mm^2 . Elles sont polies initialement par abrasion puis subissent un polissage électrolytique poussé afin d'éliminer toute la couche superficielle écrouie.

Les enregistrements graphiques obtenus présentent des pics de diffraction caractéristiques des phases martensite, austénite et ferrite. La position angulaire des raies de diffraction d'une phase permet d'en déterminer rapidement et avec précision ses paramètres

2 - Microscopie électronique

Toutes les structures ont été observées au microscope électronique Philips EM 200 sous une tension d'accélération des électrons de 100 KV.

La microscopie électronique est une technique particulièrement bien adaptée à l'étude de la microstructure de la martensite. Les défauts mis en évidence peuvent être caractérisés par microdiffraction électronique. Elle permet d'autre part d'obtenir tous les renseignements cristallographiques concernant une même plaquette de martensite et d'associer ainsi relations d'orientation et plan d'accolement.

V - PROJECTION STEREOGRAPHIQUE

Nous avons fréquemment eu recours à la projection stéréographique. Bien que de précision assez limitée ($\pm 1/2$ degré sur stéréogramme de 30 cm), cette méthode graphique permet une approche simple de nombreux problèmes. Elle est particulièrement bien adaptée à :

- l'étude des orientations de maillage
- la détermination de relations d'orientation

2 - Microscopie électronique

L'observation par microscopie électronique a été faite sur lames ultra-minces obtenues suivant la méthode décrite par J.M. Schissler (38). Il faut cependant noter que, dans le cas des alliages Fe-Ni-C, l'électrolyte à base de butylcellosolve et d'acide perchlorique provoque l'apparition d'une légère couche d'oxyde. Cette pellicule, très adhérente résiste au rinçage à l'alcool ainsi qu'au nettoyage aux ultra-sons. Nous avons pu pallier cet inconvénient en mettant au point un électrolyte dont la composition est la suivante :

- butylcellosolve 950 cc
- acide perchlorique 50 cc
- alcool méthylique 100 cc

La tension appliquée varie entre 10 et 14 volts suivant la proportion de martensite formée. La température est maintenue au voisinage de 0°C.

Dans ces conditions nous obtenons des lames minces transparentes au faisceau d'électrons et propres. Etant donné que le but recherché est l'observation des structures fines de la martensite, nous nous sommes astreint à n'observer que des lames transparentes aux électrons accélérés sous une tension de 80 KV. Ainsi, lors de l'observation à 100 KV, nous sommes assuré que les risques de revenu de la martensite sont négligeables.

IV - ETUDE DES PHASES EN PRESENCE

1 - Diffraction des rayons X

Les études par diffraction des rayons X sont faites sur un goniomètre à compteur utilisant la méthode de Bragg-Brentano. L'anticathode est en cobalt. Le rayonnement K_{α} est isolé grâce à un monochromateur à lame de quartz courbe.

CHAPITRE II

ETUDE DE LA MARTENSITE DANS L'ALLIAGE Fe - 9,80 %Ni - 1,15 %C

I - DETERMINATION DE LA TEMPERATURE DE DEBUT DE TRANSFORMATION MARTENSITIQUE

La réaction martensitique débute à une certaine température M_s . Elle prend fin à la température M_f . La quantité d'austénite transformée n'est fonction que de la température de trempe choisie dans le domaine $M_s - M_f$. Plus la température de trempe est abaissée au-dessous de M_s , plus la quantité de martensite formée est importante. Afin de faciliter l'étude des aiguilles de martensite dans la matrice d'austénite non transformée, il est souhaitable de n'avoir que peu de martensite. Pour cela nous trempions l'alliage à $M_s - 30^\circ\text{C}$. Il est donc nécessaire de connaître préalablement la température M_s de l'austénite qui, d'après la formule de Nehrenberg : $M_s = 500 - 300 C - 17 \text{ Ni}$, se situe au voisinage de la température ambiante.

Par trempe à l'eau salée à $- 5^\circ\text{C}$, nous formons une quantité appréciable de martensite. Ce fait n'est pas surprenant car la formule de Nehrenberg ne s'applique, en toute rigueur, qu'à des aciers faiblement alliés.

La détermination expérimentale de M_s a été obtenue par la méthode de Greninger-Troiano (40). Cette méthode, applicable aux aciers fortement alliés, consiste à tremper des échantillons à différentes températures recouvrant le

- la recherche du plan d'accolement entre deux phases

VI - TRAITEMENT AUTOMATIQUE DE L'INFORMATION

Etant donnée la complexité des calculs nécessaires au développement mathématique de la théorie de la transformation martensitique, nous avons été amené à utiliser l'unité de calcul I.B.M. 1130 de l'E.N.S.M.I.M.

II - ETUDE RADIOCRISTALLOGRAPHIQUE DES PHASES EN PRESENCE

Les plaquettes destinées à l'analyse radiocristallographique sont polies électrolytiquement en utilisant la méthode décrite au chapitre I. Nous évitons ainsi un début de revenu de la martensite qui entraînerait une chute de la tétragonalité.

L'enregistrement graphique obtenu sur le goniomètre de Berthold à compteur Geiger est représenté sur la figure 9.

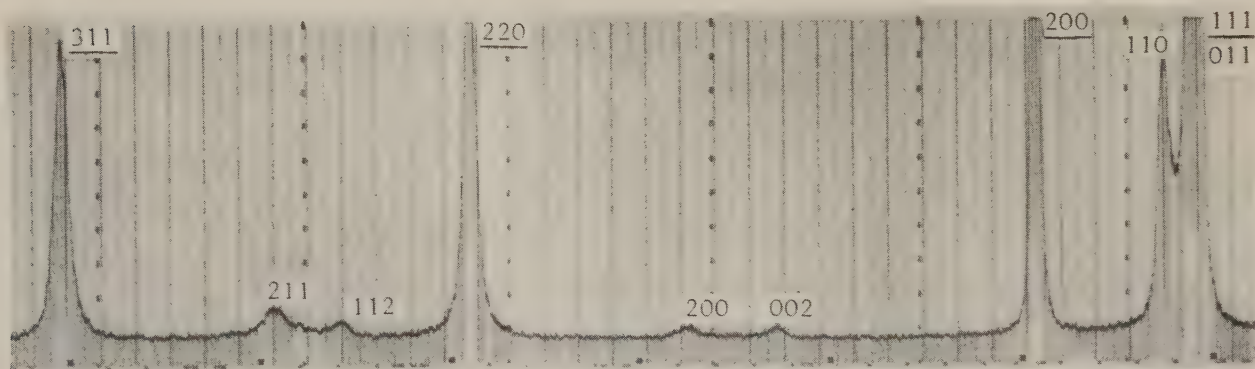


FIGURE 9

*Diffractogramme de l'échantillon Fe-Ni-C
ayant subi une trempe martensitique*

$(hkl) = \text{austénite}$

$(hkl) = \text{martensite}$

Le diffractogramme confirme la présence simultanée des deux phases austénite et martensite. Nous avons déterminé les paramètres des phases à partir de cet enregistrement. Les paramètres de la maille quadratique de la martensite sont calculés à partir des réflexions $\{211\}_{\alpha'}$ et $\{112\}_{\alpha'}$. La valeur du paramètre

domaine martensitique présumé. L'alliage subit ensuite un revenu à une température de l'ordre de 250°C puis est observé après retour à la température ambiante. En microscopie optique, une martensite, polie avec précaution, apparaît après une attaque au nital en blanc sur un fond gris d'austénite non transformée. Par contre, si la martensite a subi un léger revenu, il y a inversion des teintes. Cette inversion est causée par la précipitation de carbures très fins dans la martensite. Après plusieurs essais à différentes températures, nous avons encadré la température M_s que nous fixons, par cette méthode à 50°C.

Nous avons ensuite eu confirmation de cette valeur par dilatométrie différentielle. L'enregistrement en température décroissante représenté sur la figure 8 nous indique que l'alliage austénitique ne subit aucune transformation jusqu'à 55°C. A cette température, nous observons une brusque dilatation correspondant à la formation, avec augmentation de volume, de la martensite.

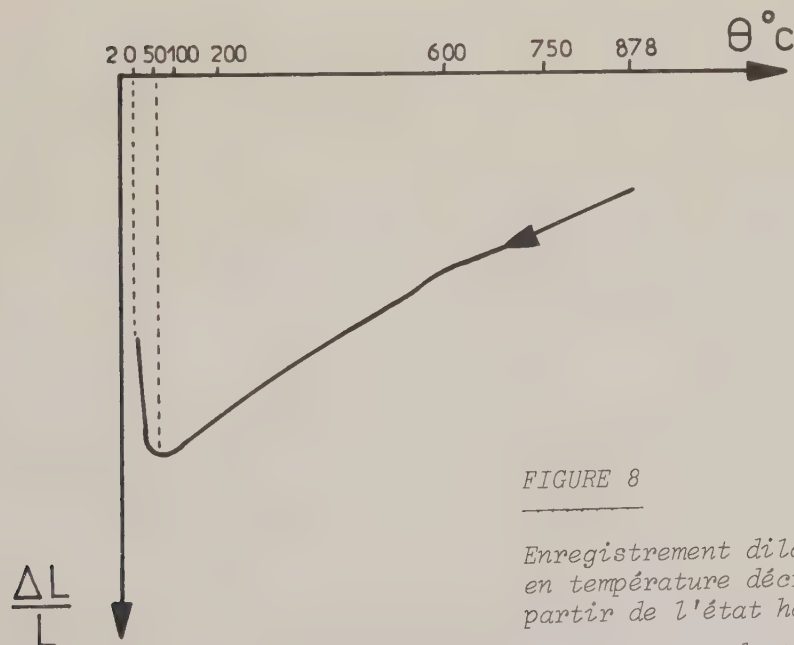


FIGURE 8

Enregistrement dilatométrique
en température décroissante à
partir de l'état homogénéisé.
(dilatomètre de type Chévenard).

aussi fait figurer sur ce schéma quelques points représentatifs d'alliages Fe-Ni-C étudiés par Nishyama (44).

III - ETUDE AU MICROSCOPE METALLOGRAPHIQUE

1 - Mise en évidence d'une déformation à plan invariant

Généralement, une déformation qui laisse un plan invariant implique l'existence d'un cisaillement simple du type maclage associé à une variation volumique. La direction de déplacement n'est pas parallèle au plan invariant. L'effet de relief et le déplacement des rayures, observés sur un échantillon poli puis rayé avant la transformation, témoignent d'une déformation à plan invariant. Mais en aucun cas, ces seuls phénomènes ne peuvent prouver l'existence d'une telle transformation.

De nombreux auteurs (45, 46) affirment néanmoins qu'une transformation est de type martensitique avec comme seule preuve l'effet de relief. Ainsi, Kotval et Honeycombe (45), observant un effet de relief dans la transformation d'alliages cuivre-germanium, émettent l'hypothèse que la transformation est de type martensitique bien qu'elle nécessite une diffusion.

En fait, il ne faut pas dissocier ces effets des autres données expérimentales : défauts internes, plan d'accrolement, relations d'orientation et correspondance de réseau. Tous ces mouvements sont liés entre eux de façon à donner naissance à une plaquette de martensite.

La *figure 11* représente la micrographie, en contraste interférentiel, d'une surface polie puis rayée avant la trempe martensitique. La micrographie initiale, en couleur, est reproduite ici en noir et blanc. L'échantillon austénitisé et homogénéisé est trempé à la température ambiante. Il est alors poli avec

de la maille cubique de l'austénite est calculée à partir de la réflexion $\{311\}_\gamma$. Nous avons choisi ces réflexions qui apparaissent à des angles de Bragg élevés afin d'obtenir une plus grande précision. Les paramètres mesurés sont :

$$\begin{array}{lcl} \text{pour la martensite} & \left. \begin{array}{l} a = 2,85_1 \\ c = 3,00_7 \end{array} \right\} & \frac{c}{a} = 1,05_4 \\ \\ \text{pour l'austénite} & a_0 = 3,61_3 & \end{array}$$

Plusieurs relations expérimentales (41,42,43) relient les paramètres a et c de la martensite et le paramètre a_0 de l'austénite au pourcentage pondéral de carbone en insertion dans les deux mailles. En fait, ces relations ne s'appliquent pas, en toute rigueur, à notre alliage qui contient du nickel.

Sur la figure 10, nous avons représenté les courbes de Roberts (41) et de Closset (43). Nous constatons que les paramètres de la martensite dans notre alliage sont peu différents de ceux prévus par les formules de Roberts. Nous avons

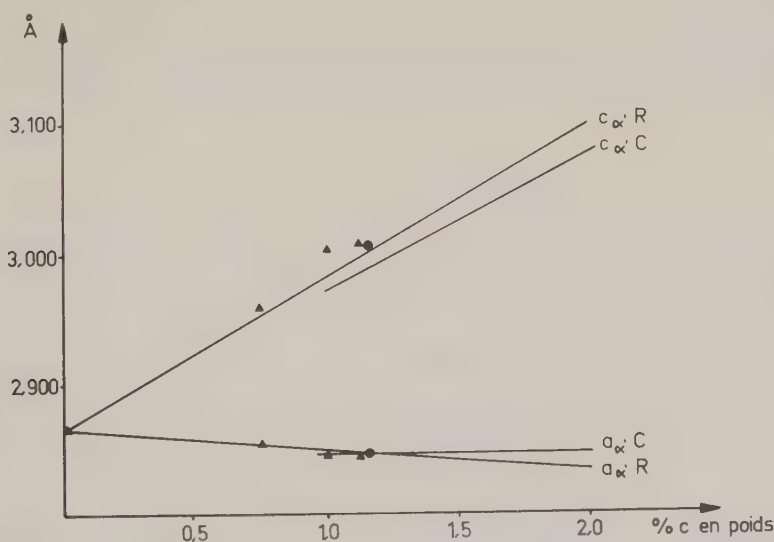


FIGURE 10

Variations des paramètres a et c de la martensite en fonction du % de carbone (R) courbes de Roberts ; (C) courbes de Closset.

▲ résultats de Nishiyama ● résultats de notre étude

2 - Morphologie de la martensite

La figure 12 représente, à faible grossissement, l'aspect typique de la martensite dans notre alliage. Afin de mettre en évidence la structure interne des aiguilles de martensite, nous avons attaqué notre échantillon au réactif de Villela.



FIGURE 12

*Structure marten-
sitique de l'alliage
Fe-Ni-C.*

*Attaque au réactif
de Villela*

G × 200

Après cette attaque, la martensite paraît grise sur un fond plus clair d'austénite non transformée. Nous remarquons qu'il ne s'est formé que peu d'aiguilles de martensite mais qu'elles sont bien développées. Leur croissance n'est limitée, aux premiers stades de la réaction, que par les joints de grain. La martensite formée par refroidissement ultérieur croît entre les joints de grain et les premières aiguilles. Les aiguilles sont alors plus petites. Les premières aiguilles formées et les joints de grain jouent le rôle de barrière de croissance. La martensite a un

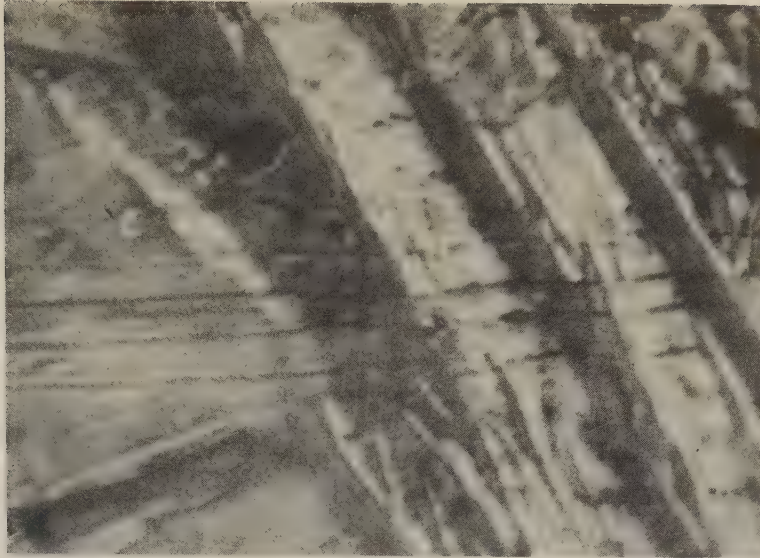


FIGURE 11

*Micrographie en contraste interférentiel
d'une surface polie et rayée avant la
trempe martensitique*

$G \times 1000$

précaution puis rayé au diamant de 6 μ . Il subit ensuite une trempe à l'eau salée à -5°C de façon à former une nouvelle quantité de martensite.

L'observation de la micrographie 11 montre que, pour une aiguille de martensite donnée, les rayures restent rectilignes à l'intérieur de l'aiguille. Le déplacement des rayures ne peut donner une idée de la valeur de l'amplitude du cisaillement de forme. En fait, la grandeur du déplacement est fonction de l'angle fait par la direction du vecteur déplacement avec la surface de l'échantillon. Si le vecteur de déplacement est perpendiculaire à la surface de l'échantillon, les rayures ne subissent aucun déplacement. Si le vecteur de déplacement est parallèle à la surface de l'échantillon, le déplacement est maximum. Nous observons généralement un compromis entre ces deux cas extrêmes.

L'austénite non transformée ne présente aucun défaut ; elle ne semble ni maclée ni glissée contrairement à l'austénite que nous avons rencontrée dans les alliages Fe-Mn-C (figure 14).

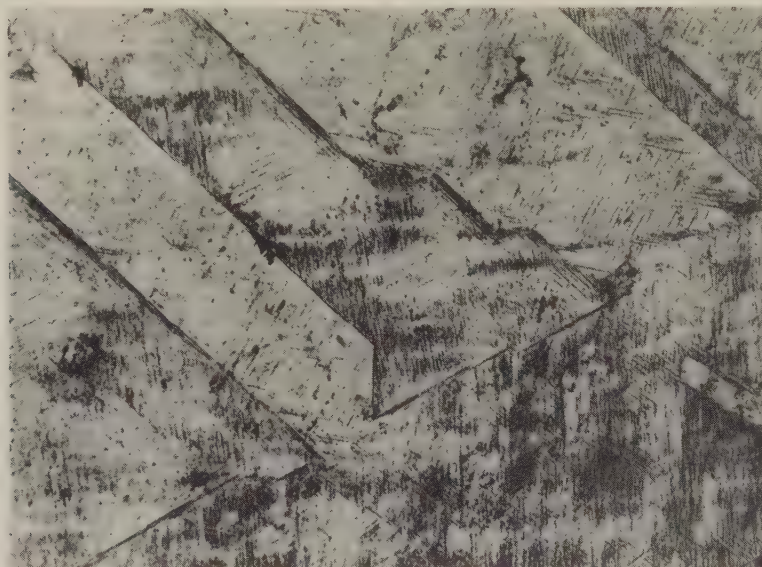


FIGURE 14

Aspect de l'austénite dans un alliage Fe 1,2 % C 5 % Mn. L'austénite est maclée et présente de nombreuses lignes de glissement. Attaque au réactif de Villela.
 $G \times 400$.

IV - ETUDE PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE ET MICRODIFFRACTION DES ELECTRONS

1 - Observation au microscope à balayage

La micrographie 15 est l'image de l'effet de relief observé au microscope électronique à balayage. Les défauts internes des aiguilles de martensite ne sont pas mis en évidence du fait qu'ils se produisent sans variation volumique.

aspect aciculaire. En réalité, les aiguilles ont une forme lenticulaire que l'on attribue aux contraintes imposées par la matrice environnante qui résiste ainsi au changement de forme dû à la transformation. La forme aciculaire provient de l'observation de l'intersection du plan de coupe avec la forme lenticulaire.

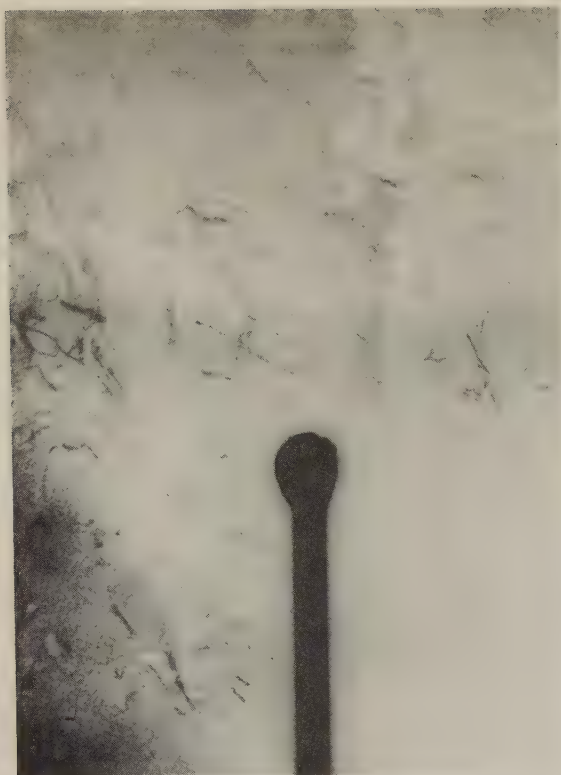
La figure 13 montre une aiguille à fort grossissement. Nous voyons nettement l'aspect en "plume" de la martensite. La zone centrale, nettement individualisée est le midrib. Elle représente la partie de l'aiguille qui s'est formée la première. La densité de macles y est la plus grande. De chaque côté du midrib, une attaque très poussée, révèle la présence de bandes transversales qui, de toute évidence, sont des macles. Ce fait sera confirmé par microscopie électronique.



FIGURE 13

Aiguille de martensite à fort grossissement. Le "midrib" est bien individualisé. La microstructure de part et d'autre du midrib est complexe. Attaque au réactif de Villela.

$G \times 2.500.$



a



b

FIGURE 16

L'austénite non transformée présente une forte densité de dislocations. Le plan de coupe est $(110)_\gamma$.

La figure 17 représente une microstructure de l'austénite beaucoup moins fréquente. La microdiffraction des électrons d'une telle zone fournit un cliché de microdiffraction caractéristique du maillage $\{111\}$ de l'austénite. Le cliché de microdiffraction 17 montre un renforcement très net des taches $\{220\}_\gamma$ et $\{113\}_\gamma$. L'orientation $[110]_\gamma$ se transforme localement par maillage $\{111\}_\gamma$ en orientation $[114]_\gamma$. Les taches de diffraction de l'individu maillé sont alors confondues aux taches fondamentales. Nous révélons ainsi une microstructure fine de l'austénite non transformée qui n'avait pas pu être mise en évidence par microscopie optique.

Il est difficile de savoir si ces défauts sont des sites préférentiels de nucléation de la martensite ou s'ils sont consécutifs à la transformation. Dans la transformation de l'austénite en martensite ϵ hexagonale, il a été montré

Nous discernons également sur cette micrographie de petites aiguilles accolées aux grandes aiguilles. Ces petites aiguilles se sont vraisemblablement formées après les grandes aiguilles.



FIGURE 15

*Observation au microscope électronique à balayage
mis aimablement à notre disposition par Monsieur
le Professeur M. GANTOIS.*

2 - Morphologie des différentes phases

a) Austénite résiduelle

La microscopie électronique sur lames ultra-minces a permis de révéler la structure de l'austénite non transformée. Généralement, l'austénite présente une forte densité de dislocations (*figure 16 a*). Le cliché de microdiffraction de la zone située juste au-dessus du beam-stop est représenté sur la *figure 16 b*. Il correspond à une zone $[110]$.

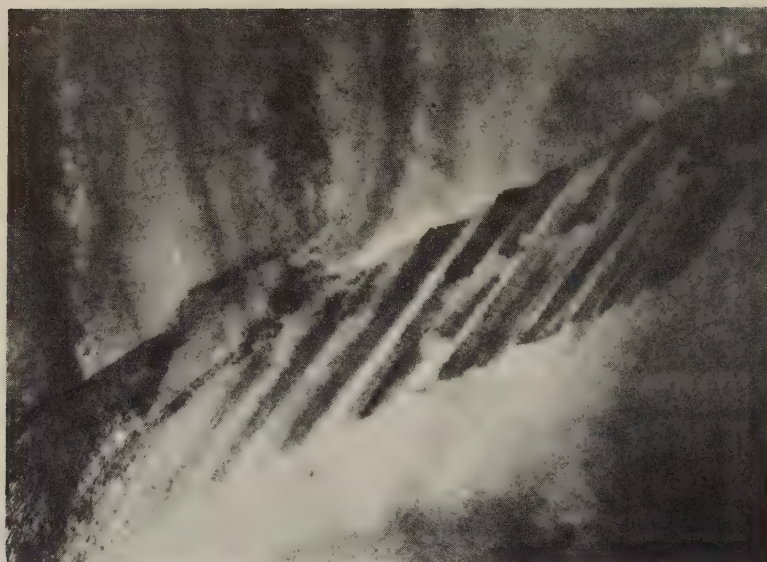


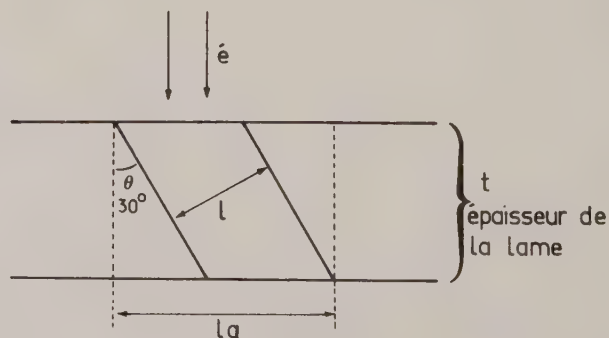
FIGURE 18

Aspect des micromacles de la martensite dans une zone proche du Midrib.
 $G \times 30.000$.

Suivant l'angle fait par le plan de coupe et le plan de maclage, les rubans maclés sont jointifs ou non. Leur largeur est elle-même fonction de cet angle et de l'épaisseur de la lame. Le schéma 19 représente le cas d'une micromacle inclinée de 30° . La lame mince a une épaisseur voisine de $800 \text{ \AA}$ et la macle une largeur de l'ordre de $200 \text{ \AA}$. La largeur apparente de la macle est alors voisine de $1500 \text{ \AA}$.

FIGURE 19

Variation de la largeur apparente
 La des macles en fonction de l'épais-
 seur de la lame mince t et de son in-
 clinaison θ dans la matrice.



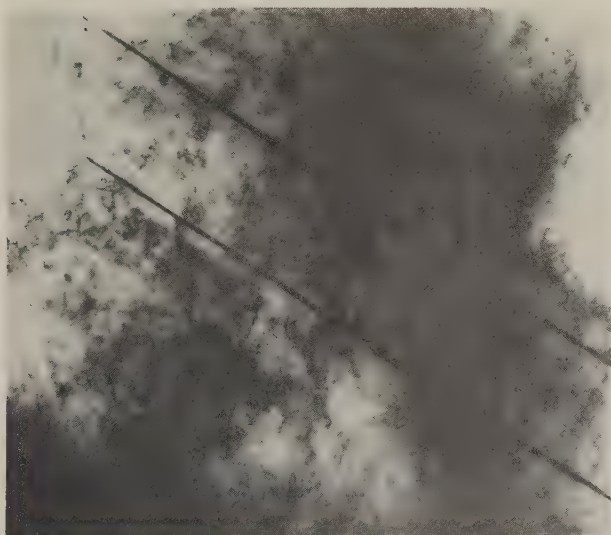
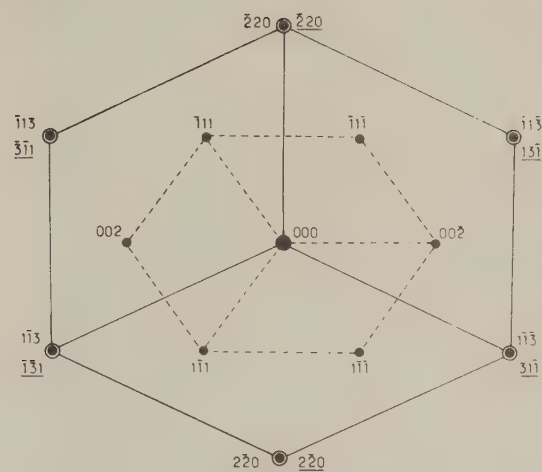


FIGURE 17

Micromacles dans l'austénite non transformée.

$G \times 15000$.

points fondamentaux (zone $[110]_Y$)
points de maclage (zone $[\underline{114}]_Y$)

que ces imperfections du réseau sont des sites préférentiels où s'amorce la transformation. Dans la transformation de l'austénite en martensite α' quadratique, aucune preuve ne peut venir étayer cette hypothèse. L'observation des sites de nucléation est d'ailleurs aléatoire : Varlimont (47) a montré qu'il faudrait observer une surface voisine de 20 cm^2 pour avoir la chance de rencontrer un site de nucléation !

b) Martensite

La morphologie des aiguilles de martensite est différente suivant la zone de l'aiguille observée. Dans la partie centrale proche du midrib (figure 18), la densité de micromacles est importante. Les macles ne sont bien contrastées que d'un côté du midrib.

Il est évidemment difficile d'étudier les indices cristallographiques du plan séparant l'austénite de la martensite à partir d'une telle surface. Pour cette raison nous utiliserons toujours, pour déterminer le plan d'accolement, la trace du midrib avec le plan de coupe.

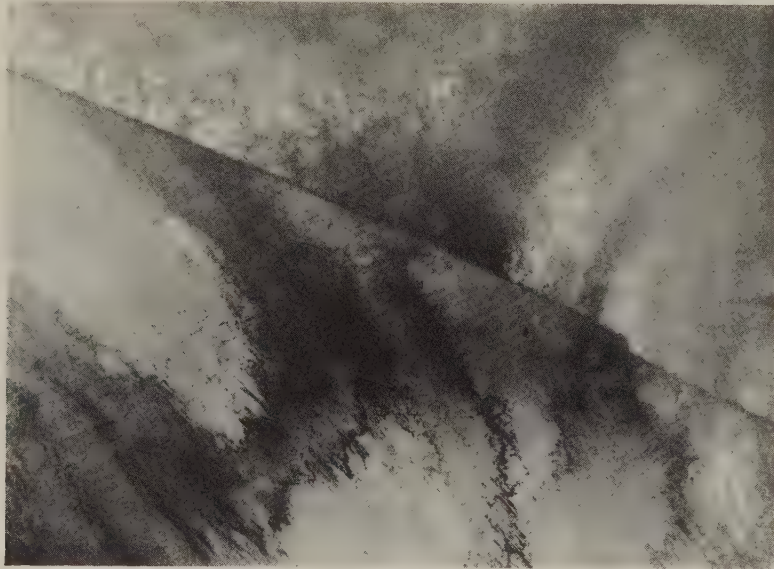


FIGURE 21

*Aspect de l'interface martensite-austénite où l'austénite présente un réseau de dislocations bien contrastés.
G × 20.000.*

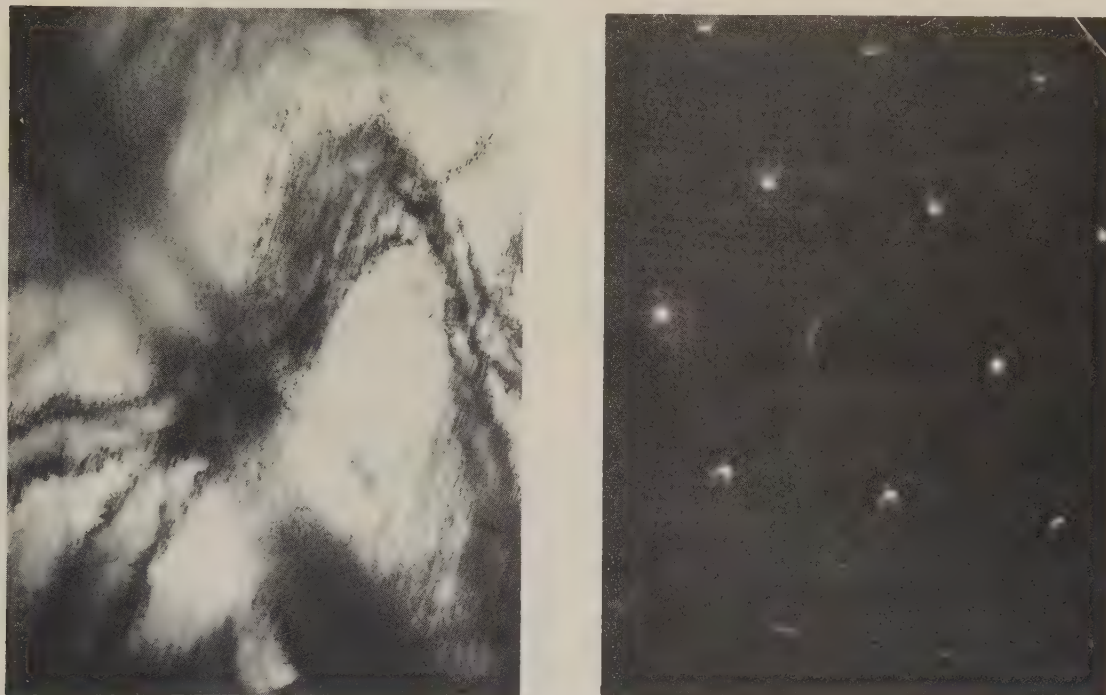
3 - Etude par microdiffraction des électrons

a) Détermination des relations d'orientation entre l'austénite non transformée et la martensite

La variante de la correspondance de Bain utilisée est :

$$\begin{array}{ll} \text{pour les directions} & (bCf) = \begin{pmatrix} 1 & \bar{1} & 0 \\ 1 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \\ \text{pour les plans} & (fCb) = (bCf)^{-1} \end{array}$$

Dans la partie de l'aiguille voisine de l'austénite, les rubans maclés ont généralement disparu (*figure 20a*) pour faire place soit à des dislocations soit à des traces de glissement. Nous n'avons pas réussi, par microdiffraction électronique, à caractériser ces défauts (*figure 20b*).



a FIGURE 20

b

Dans la partie de l'aiguille de martensite proche de l'austénite les rubans maclés ont disparu.

$G \times 25.000$.

Le cliché de microdiffraction correspond à une zone $[111]_{\alpha'}$.

Nous remarquons sur le cliché de microdiffraction des lignes de diffusion. Ce phénomène est expliqué par Khachaturyan (48) en considérant un ordre à courte distance des atomes de carbone. Les interactions entre les atomes sont dues uniquement à des distorsions élastiques du réseau.

c) Interface $\alpha' - \gamma$.

L'interface $\alpha' - \gamma$ (*figure 21*) est bien régulier et présente une certaine courbure résultant des contraintes imposées par l'augmentation de volume.

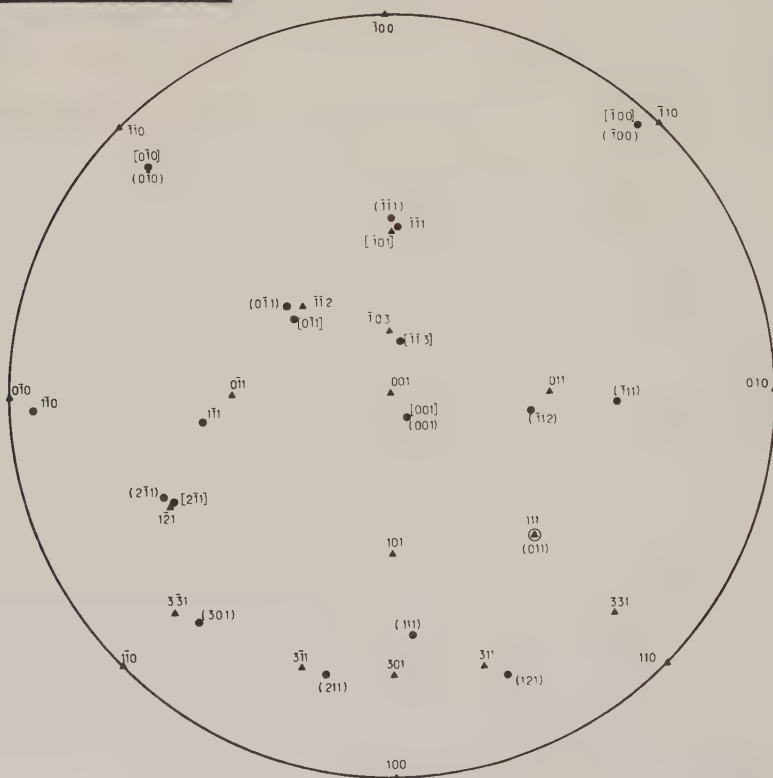
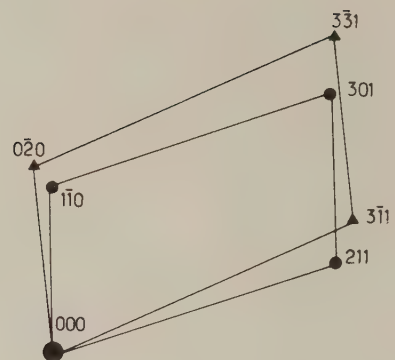
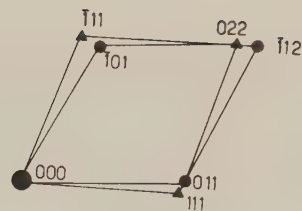


FIGURE 23

Etude des relations d'orientation entre l'austénite et la martensite.

- martensite : axe de zone $[\bar{1}\bar{1}3]$,
- ▲ austénite : axe de zone $[103]$,



● martensite : axe de zone $[\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha'}$
▲ austénite : axe de zone $[0\bar{1}1]_{\gamma}$.

Dans le cas d'une martensite tétragonale ayant pour rapport d'axes $\frac{c}{a} = 1,054$, il ne nous est pas possible d'assimiler normale à un plan réticulaire et direction. Pour chaque cliché de microdiffraction, nous avons donc étudié par projection stéréographique, l'orientation de la martensite par rapport à la matrice. Les figures 22 à 24 sont des exemples de cette étude.

L'observation de 30 clichés de microdiffraction, parmi lesquels nous retrouvons évidemment plusieurs fois une même coupe, montre que l'austénite et la martensite satisfont à des relations d'orientation intermédiaires entre celles de Nishiyama-Wassermann (44) et celles de Kurdjumov-Sachs (11). Nous trouvons :

$$\begin{aligned} (111)_{\gamma} // (011)_{\alpha}, \\ [\bar{1}01]_{\gamma} \text{ à } 2^{\circ} \text{ de } [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha}, \\ [1\bar{2}1]_{\gamma} \text{ à } 2^{\circ} \text{ de } [2\bar{1}1]_{\alpha}, \end{aligned}$$

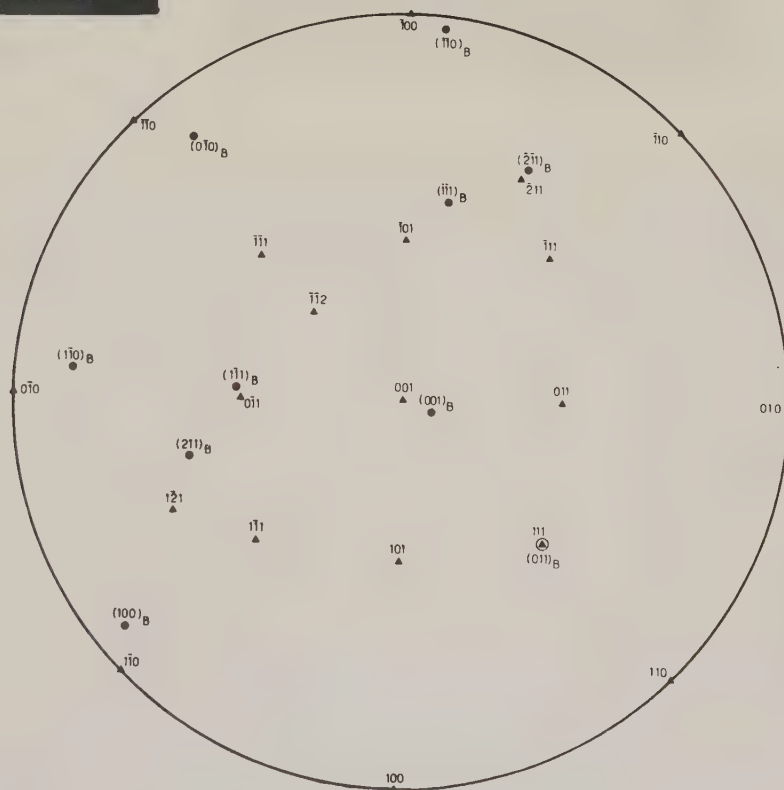
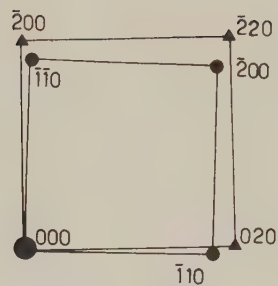
Ces relations d'orientation sont classiques dans les aciers et sont proches de celles qu'ont déterminées Greninger-Troiano (13) dans un alliage Fe-Ni-C dont la température M_s se situe à -80°C . Elles sont toujours associées à des martensites dont les plans d'accolement sont du type $\{3\ 10\ 15\}_{\gamma}$ ou $\{259\}_{\gamma}$.

b) Relations d'orientation entre deux aiguilles de martensite adjacentes

A plans denses parallèles dans les deux phases, il y a évidemment plusieurs possibilités de parallélisme pour les directions. Tous les cas possibles sont représentés sur le stéréogramme de la figure 25.

Le cliché de microdiffraction représenté sur la figure 26 a été obtenu en faisant diffracter simultanément deux aiguilles de martensite adjacentes. Pour l'aiguille notée A, le parallélisme entre directions est :

$$\begin{aligned} [\bar{1}01]_{\gamma} \text{ à } 2^{\circ} \text{ de } [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha}, \\ [1\bar{2}1]_{\gamma} \text{ à } 2^{\circ} \text{ de } [2\bar{1}1]_{\alpha}, \end{aligned}$$



Etude des relations d'orientation entre l'austénite et la martensite.

● martensite : axe de zone $[001]_{\alpha}$,
▲ austénite : axe de zone $[001]_{\gamma}$

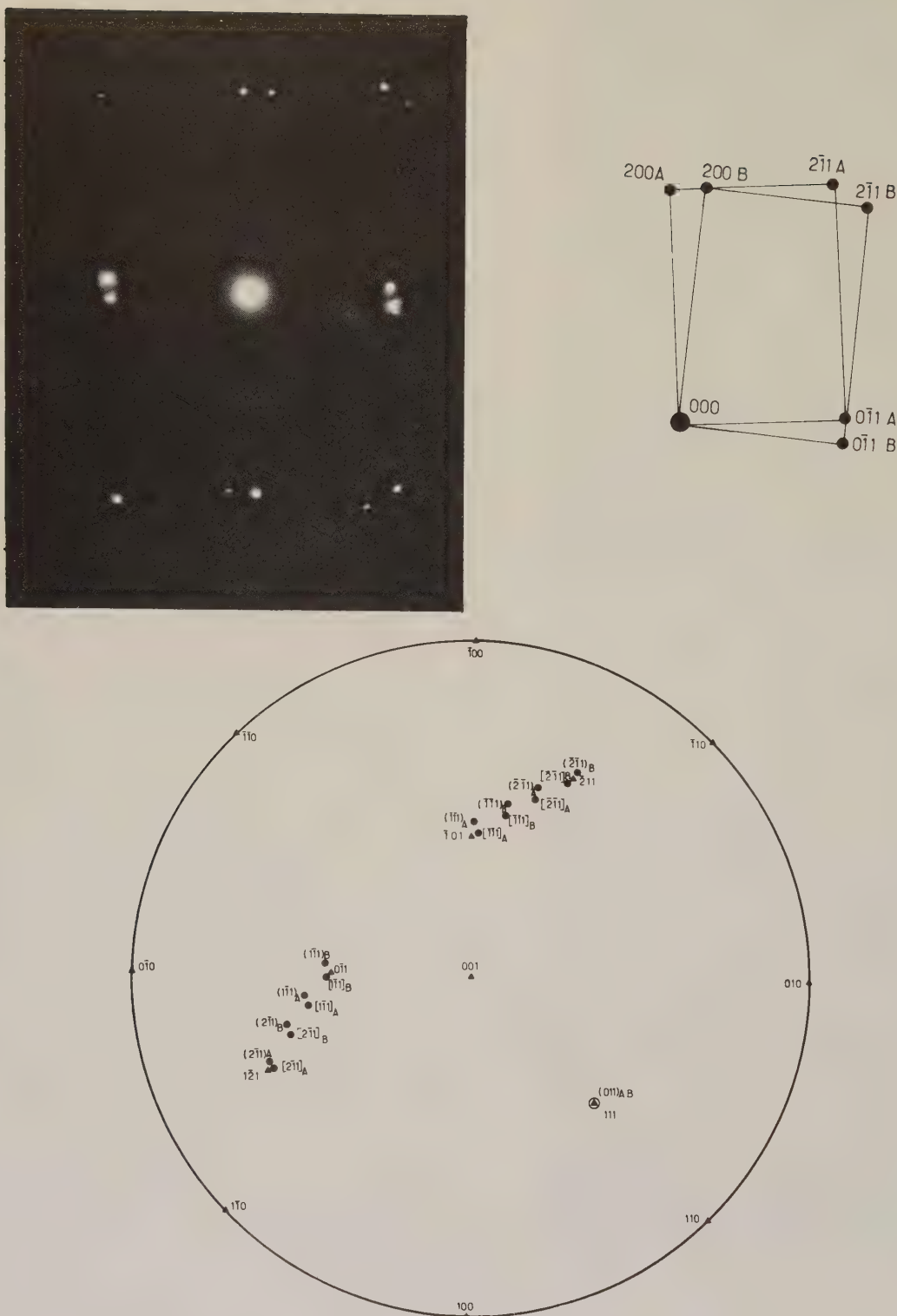


FIGURE 26

- (a) Cliché de microdiffraction des électrons de deux aiguilles de martensite A et B adjacentes.
 (b) Cliché théorique.
 (c) Stéréogramme représentant la double orientation A-B.

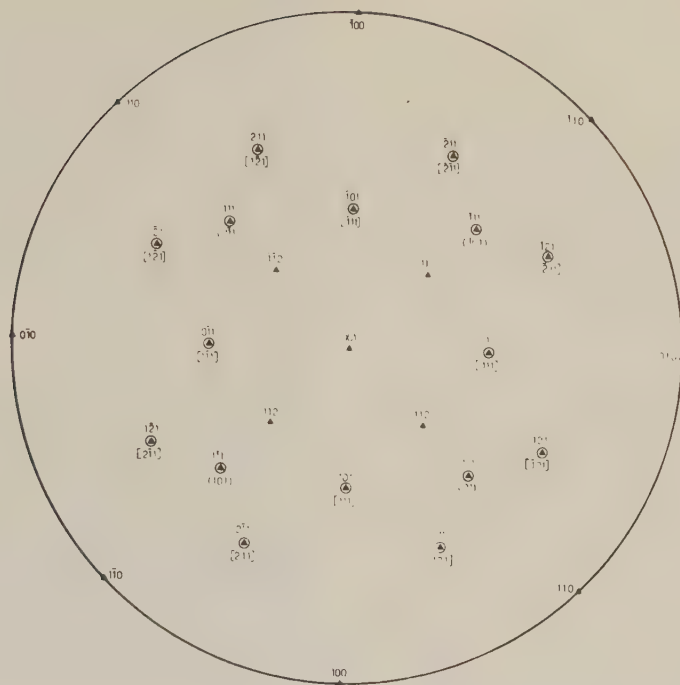


FIGURE 25

Stereogramme représentant toutes les variantes possibles des relations d'orientation de Kurdjumov-Sachs.

▲ austénite
○ martensite.

Pour l'aiguille notée B, le parallélisme entre directions est :

$$\begin{aligned} [0\bar{1}1]_{\gamma} & \text{ à } 2^{\circ} \text{ de } [1\bar{1}1]_{\alpha}, \\ [\bar{2}11]_{\gamma} & \text{ à } 2^{\circ} \text{ de } [\bar{2}\bar{1}1]_{\alpha} \end{aligned}$$

Le passage de l'orientation A à l'orientation B s'effectue par une rotation de 10° autour de la normale au plan $(011)_{\alpha}$.

c) Détermination du plan d'accolement

Nous avons déterminé les indices cristallographiques du plan d'accolement par microscopie et microdiffraction électronique. Cette méthode repose sur l'étude de sa trace sur différents plans de coupe (49). Pour les raisons invoquées précédemment, nous avons toujours étudié la trace du midrib

comme le préconisent d'ailleurs W.G. Burgers (50) et J.N. Christian (51) et non l'interface réel.

Les indices du plan d'accolement sont généralement donnés dans la base austénite. On ne peut évidemment pas associer n'importe quel plan d'accolement d'un même type à une variante quelconque des relations d'orientation. La correspondance plan d'accolement-relations d'orientation est unique. Dans cette optique, pour chaque coupe étudiée, nous avons fait diffracter simultanément l'austénite et la martensite. La figure 27 représente un ensemble micrographie-microdiffraction électroniques que nous avons utilisé pour cette étude. Le stéréogramme représente l'analyse de la trace du plan d'accolement sur le plan de coupe.

L'étude de neuf coupes différentes nous a permis de déterminer les cosinus directeurs de la normale au plan d'accolement expérimental :

$$\vec{n} = (0,2555 ; 0,7936 ; 0,5521)_{\gamma}$$

Notons que le plan d'accolement rationnel le plus proche est $(132)_{\gamma}$. Il se trouve à $1^{\circ}40$ de notre plan expérimental.

M. Oka et C.M. Wayman (52) avaient déjà obtenu un plan d'accolement proche de $\{123\}_{\gamma}$ lors de l'étude de la martensite dans un alliage Fe - 3 % Cr et 1,5 % C.

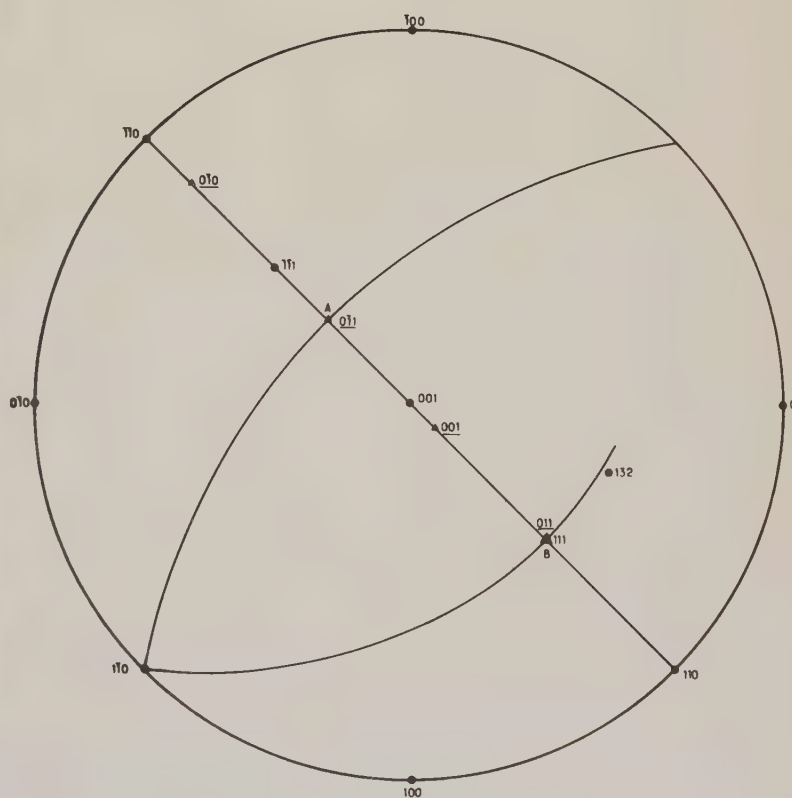
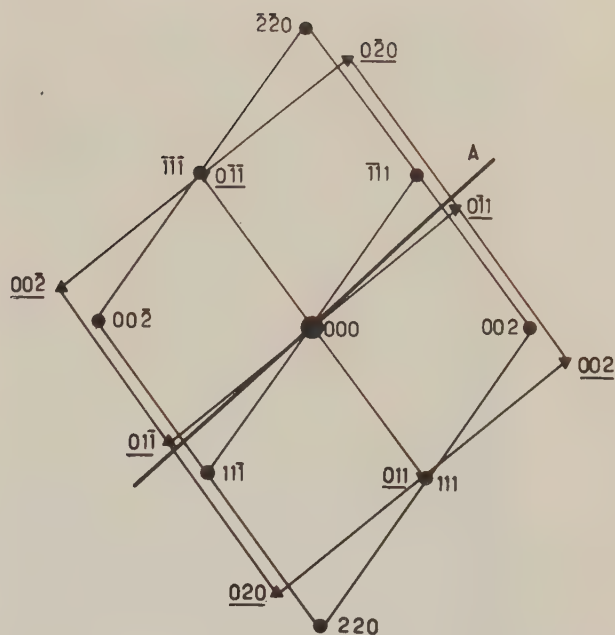
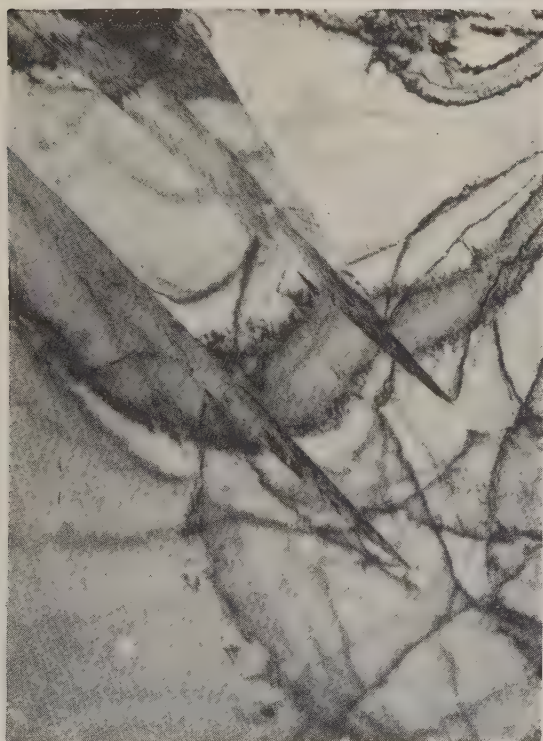


FIGURE 27

Ensemble micrographie - microdiffraction - stéréogramme utilisé pour déterminer le plan d'accrolement.

La trace du plan d'accrolement sur le plan de coupe est représentée par la direction A.

- ▲ hkl : martensite
- $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$: austénite.

CHAPITRE III

ANALYSE DE LA STRUCTURE INTERNE DES AIGUILLES DE MARTENSITE AU VOISINAGE DU MIDRIB

Les études de la structure interne des aiguilles de martensite formées dans des alliages Fe-Ni-C ne concernent que les martensites dont le plan d'accrolement est du type $\{3\ 10\ 15\}_{\gamma}$. Tous les auteurs (53, 54, 55) relèvent la présence de fines macles (200 Å) de transformation $\{112\}_{\alpha}$. Si le plan d'accrolement est d'un autre type, la structure interne des aiguilles de martensite semble beaucoup plus complexe (56). De plus, la nature des défauts observés n'a jamais été véritablement reliée aux autres données cristallographiques (plan d'accrolement, relations d'orientation). Un fait est certain, le maclage joue un rôle important dans la transformation martensitique de l'austénite.

Dans le chapitre précédent, nous avons montré que la structure interne d'une aiguille de martensite est variable suivant la zone observée. Les micrographies et les microdiffractions révèlent que la structure, au bord de l'aiguille, semble plus simple qu'au centre. Le midrib est la zone de l'aiguille formée en premier ; c'est l'interface initial entre l'austénite et la martensite au début de sa formation. Il est donc raisonnable d'étudier la structure fine de cette partie de l'aiguille si l'on veut atteindre le processus de sa formation.

I - MISE EN EVIDENCE D'UNE STRUCTURE INTERNE COMPLEXE

Nous avons tout d'abord cherché à confirmer l'existence du maclage $\{112\}_{\alpha}$, habituellement rencontré dans les aiguilles de martensite. Pour caractériser le maclage par microdiffraction des électrons, le cas idéal est évidemment

martensite, nous ne pouvons attribuer ce dédoublement ni à une aiguille adjacente ni à l'austénite. La présence de ces doublets nous apparaît donc liée à la structure de l'aiguille et ne peut être expliquée par un maillage $(112)_{\alpha}$, unique.

Ce phénomène n'est pas fortuit. Nous l'avons rencontré sur tous les clichés de microdiffraction. L'observation de *la figure 29a*, prise en fond clair, montre l'existence de macles très bien développées qui paraissent elles-mêmes striées intérieurement. La trace du midrib n'est pas rigoureusement rectiligne. Le cliché de microdiffraction (*figure 29b*) correspond à une zone $[131]_{\alpha}$. Le plan de maillage $(112)_{\alpha}$, fait un angle de 42° avec le plan de coupe. Nous notons la présence de taches dues au maillage $(112)_{\alpha}$. Certaines taches, fondamentales ou de macles, sont dédoublées. Nous avons effectué une observation en fond noir de Bragg sur le spot entouré d'un cercle. La micrographie correspondante est illustrée par *la figure 29c*. Les macles primaires $(112)_{\alpha}$, semblent elles-mêmes avoir une microstructure complexe. Elles apparaissent fragmentées

Afin de préciser la nature de ces stries, toutes parallèles entre elles, nous avons eu recours à l'étude stéréographique des traces (*figure 30*). Les plans, définis par les normales aux traces et l'axe de zone, passent l'un par le pôle de la normale au plan $(011)_{\alpha}$, et l'autre par le pôle de la normale $(112)_{\alpha}$. Il semble donc que ces striations très fines (30 à 40 Å) correspondent à des défauts plans $(011)_{\alpha}$. De plus l'existence, sur tous les clichés de microdiffraction, de spots nettement dédoublés ou simplement oblongs, laisse supposer que ces défauts sont dus au maillage $(011)_{\alpha}$.

Ce résultat expérimental nous permet donc de supposer l'existence de deux mouvements différents : un maillage $(112)_{\alpha}$, et un maillage $(011)_{\alpha}$. Afin de caractériser les macles et d'expliquer leur formation, il nous a semblé nécessaire d'étudier les mouvements atomiques associés aux cisaillements de maillages.

celui où le plan de maclage est parallèle au faisceau d'électrons. Les taches de diffraction de l'individu maclé se déduisent alors simplement des taches fondamentales par rotation de 180° autour de la normale au plan de maclage. Ce cas est illustré par la figure 28.

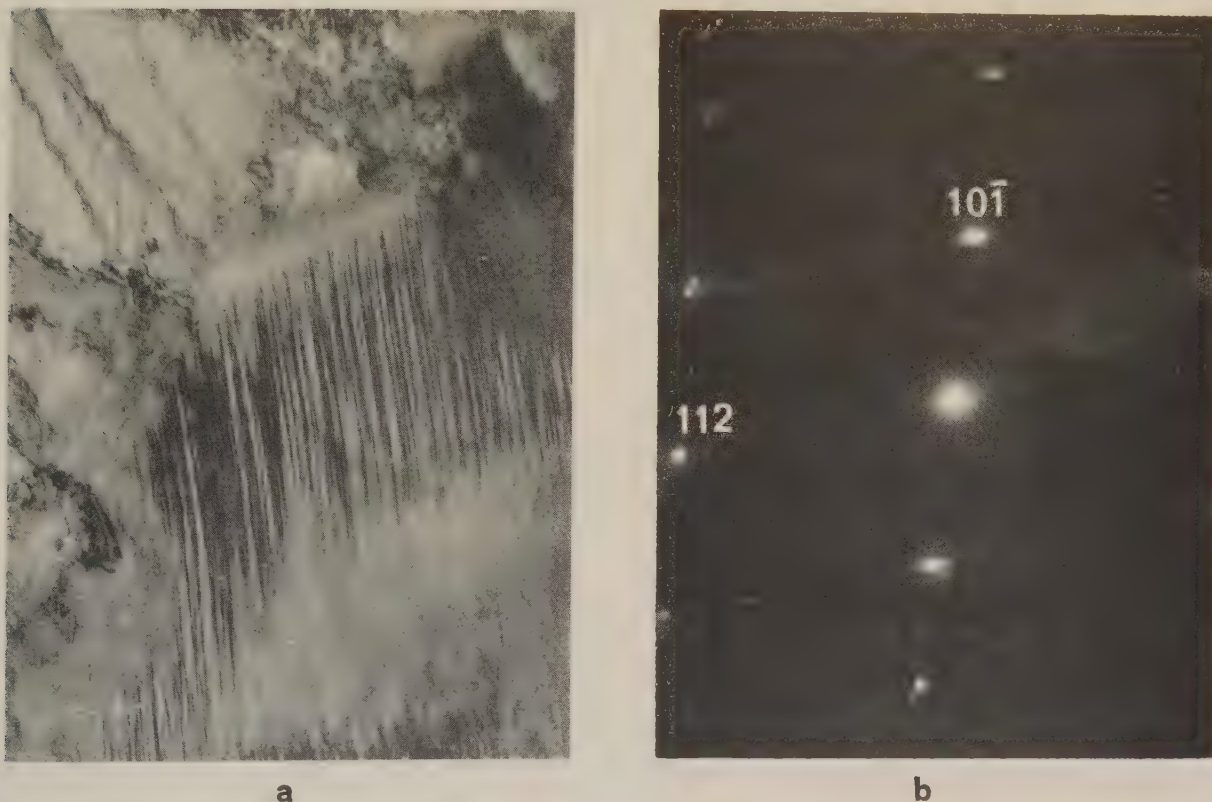


FIGURE 28

Etude de la structure interne des aiguilles de martensite. Les macles très fines sont bien contrastées. $G \times 20000$

Taches fondamentales : axe de zone $[\bar{1}\bar{3}1]_{\alpha}$,
Taches de macles : axe de zone $[\bar{1}\bar{1}\bar{3}]_{\alpha}$,

Les macles (figure 28a) sont très fines et bien contrastées. Nous pouvons directement évaluer leur largeur sur la micrographie 28a: elle varie entre 200 Å et 300 Å. Le cliché de microdiffraction (figure 28b) montre la présence de "streaks" perpendiculaires au plan de maclage. Ils proviennent de la forme de noeuds du réseau réciproque qui sont allongés perpendiculairement à la petite dimension des défauts. Le plan de maclage, déterminé sans ambiguïté est $(112)_{\alpha}$. Cependant, sur ce même cliché, hormis les lignes de diffusion expliquées par Katchaturyan (48), nous discernons un autre phénomène : certains spots de diffraction sont plus ou moins dédoublés. L'aire diffractante étant petite (de l'ordre du micron carré) et se trouvant au centre d'une aiguille de

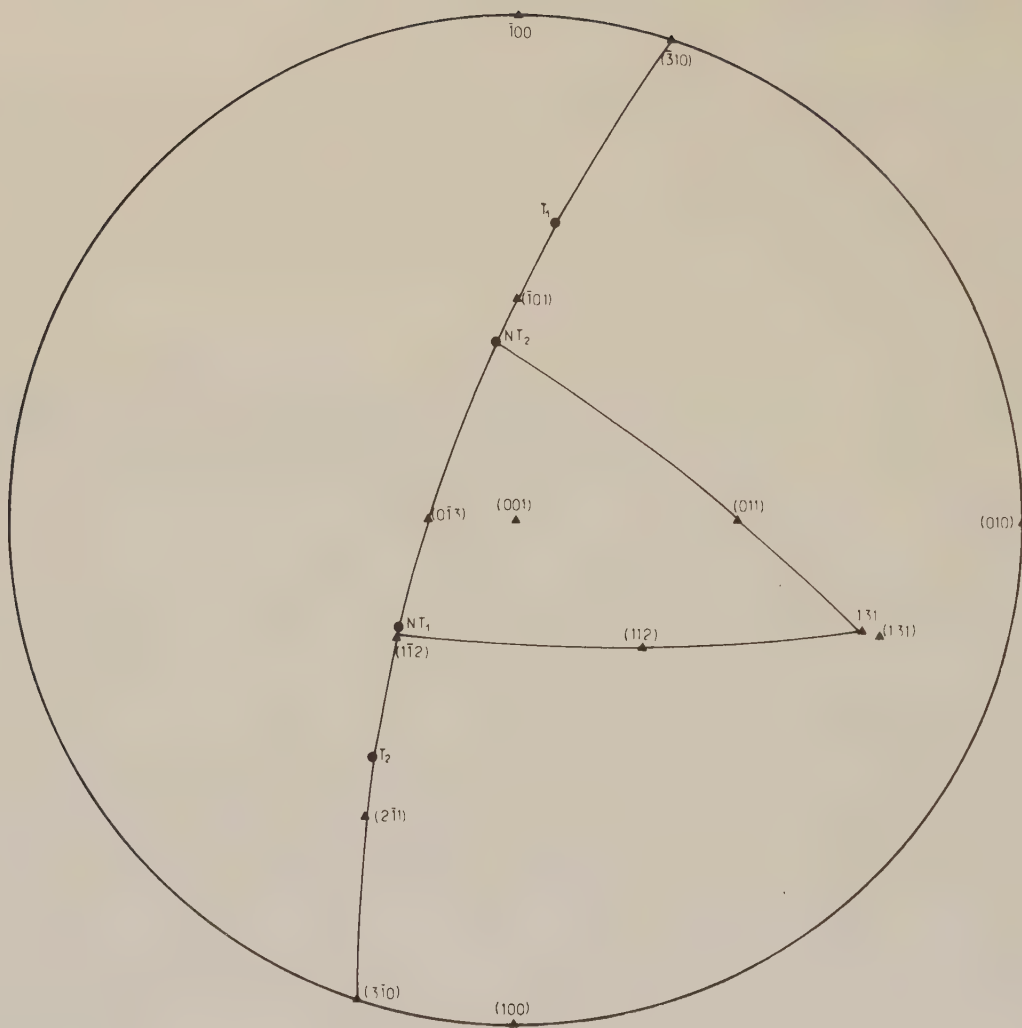


FIGURE 30

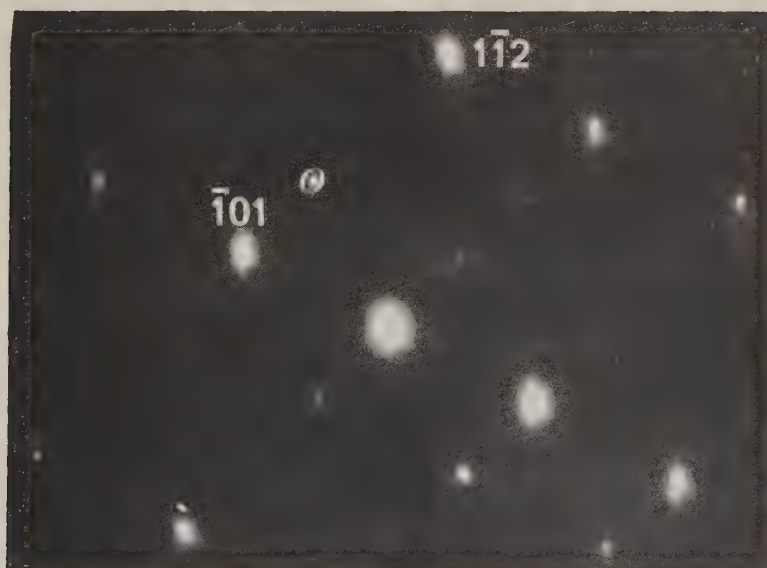
*Etude par projection stéréogra-
phique des traces de maclage T_1 et T_2 .*



a



c



b

FIGURE 29

Etude des micromacles dans la martensite.

a) *fond clair*

b) *cliché de microdiffraction*

taches fondamentales axe de zone $[131]_{\alpha}$

taches de macles axe de zone $[\bar{1}\bar{1}\bar{3}]_{\alpha}$

c) *fond noir de Bragg sur la tache entourée*

Par maclage sur le plan K_1 et dans la direction $\overline{\eta_1}$, la sphère est déformée en un ellipsoïde. Il est évident que les noeuds du plan K_1 ne sont pas déplacés. L'intersection de ce plan avec la sphère est donc invariante dans la transformation : c'est l'une des sections circulaires de l'ellipsoïde.

Le second plan non déformé est le plan K_2 dont la position finale est K'_2 . Le plan perpendiculaire à K_1 et passant par $\overline{\eta_1}$ coupe le plan K_2 suivant la direction $\overline{\eta_2}$.

L'amplitude du cisaillement g est définie comme étant le déplacement subi par un point qui se trouve à la distance unitaire du plan K_1 .

Les éléments K_1 , K_2 , $\overline{\eta_1}$ et $\overline{\eta_2}$ définissent l'ellipsoïde, ils peuvent être rationnels ou irrationnels (57). Dans le cas des systèmes cubique, hexagonal et quadratique, le degré de symétrie de la maille étant élevé, il est possible que tous les éléments soient parallèles à des éléments rationnels.

La martensite cristallise dans le système quadratique centré. Les principaux maclages possibles sont :

$$K_1 = \{112\} \quad \overline{\eta_1} = \langle 111 \rangle$$

$$K_1 = \{011\} \quad \overline{\eta_1} = \langle 011 \rangle$$

2 - L'étude du maclage $\{112\}$.

Dans le système quadratique, tous les plans représentés par $\{112\}$ ne sont pas équivalents. Il faut différencier les plans ayant 2 ou $\overline{2}$ comme dernier indice des plans ayant 1 ou $\overline{1}$ c'est-à-dire les plans $\{112\}$ des plans $\{1\overline{2}1\}$.

a) Maclage $(112) [\overline{1}\overline{1}\overline{1}]$

Choisissons comme éléments de maclage :

1 - Définition géométrique du maclage

Considérons une sphère de rayon unitaire (*figure 31*) : le plan de maclage K_1 passe par le centre O de la sphère pris comme origine.

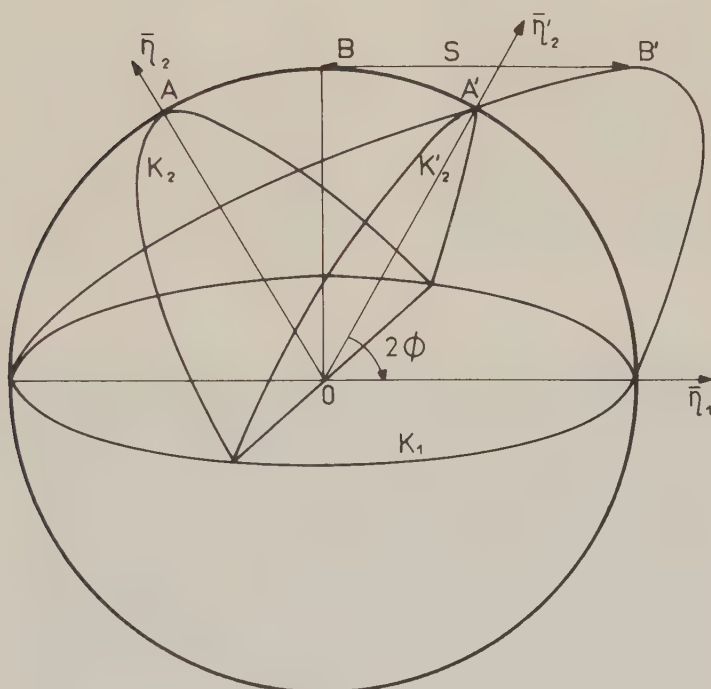


FIGURE 31

Etude géométrique du maclage

K_1 est le plan de cisaillement

$\bar{n}_1$ est la direction de cisaillement

$$K_1 = (112) \quad \overline{\eta}_1 = [\bar{1}\bar{1}1]$$

$$K_2 = (\bar{1}\bar{1}2) \quad \overline{\eta}_2 = [111]$$

La connaissance de ces éléments permet l'étude complète des mouvements atomiques. La figure 32 représente la projection de la maille sur un plan $(\bar{1}10)$ parallèlement à une direction $[\bar{1}10]$. L'amplitude du cisaillement de maclage, exprimée en fonction de $\gamma = \frac{c}{a}$, est $g = \frac{2 - \gamma^2}{\gamma\sqrt{2}}$.

L'observation de la figure 32 nous montre que tous les atomes de fer et de carbone viennent en position de maclage après le cisaillement. Ce mode n'implique donc pas l'utilisation de réajustements mineurs des positions atomiques ("shuffles").

b) Maclage $(112) \quad [11\bar{1}]$

Dans ce cas les éléments de maclage sont :

$$K_1 = (112) \quad \overline{\eta}_1 = [11\bar{1}]$$

$$K_2 = (33\bar{2}) \quad \overline{\eta}_2 = [113]$$

L'amplitude du cisaillement exprimée en fonction de γ est :

$$g = \frac{3\gamma^2 - 2}{2\gamma\sqrt{2}}$$

Nous avons étudié les différents mouvements atomiques dans le plan contenant les deux directions $\overline{\eta}_1$ et $\overline{\eta}_2$ c'est-à-dire le plan $(1\bar{1}0)$.

La figure 33 représente l'empilement ABAB ... des plans $(1\bar{1}0)$ perpendiculairement à la direction $[\bar{1}\bar{1}0]$. Nous voyons sur la figure 33b que

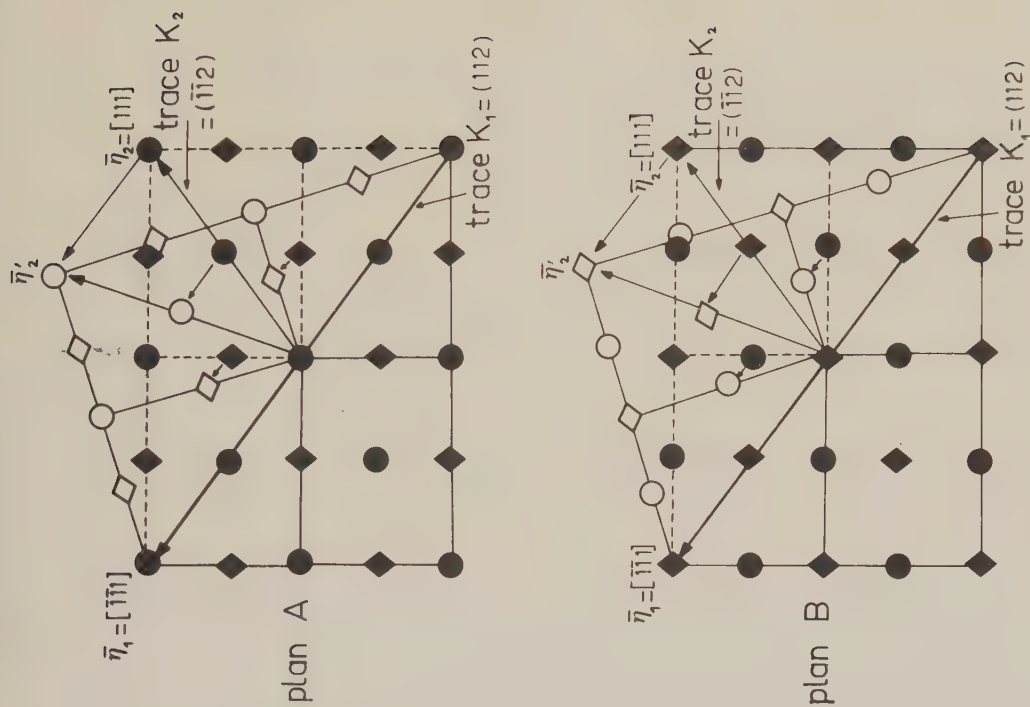
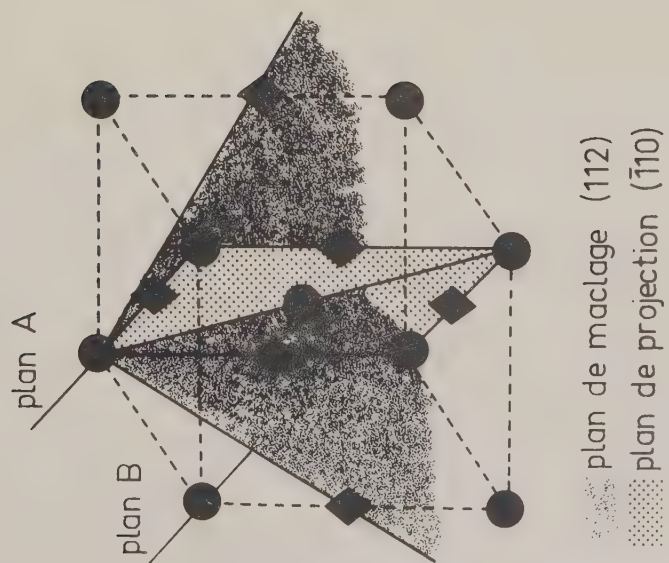


FIGURE 32

Etude géométrique du maillage dans la martensite quadratique.

$$K_1 = (112)_{\alpha'} \quad \bar{\eta}_1 = [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha'}$$

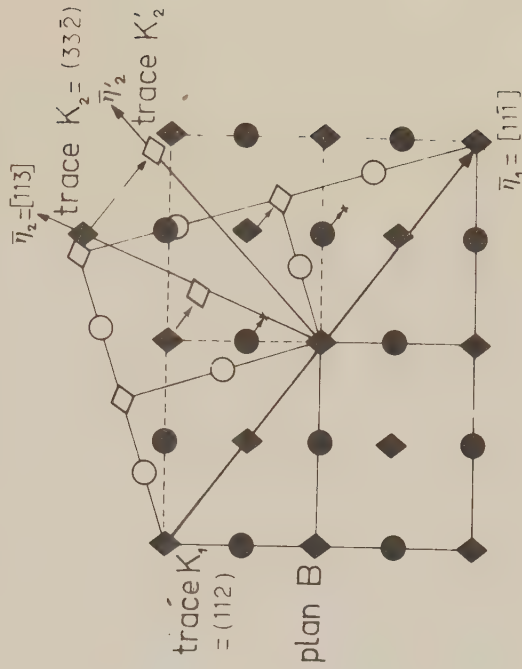
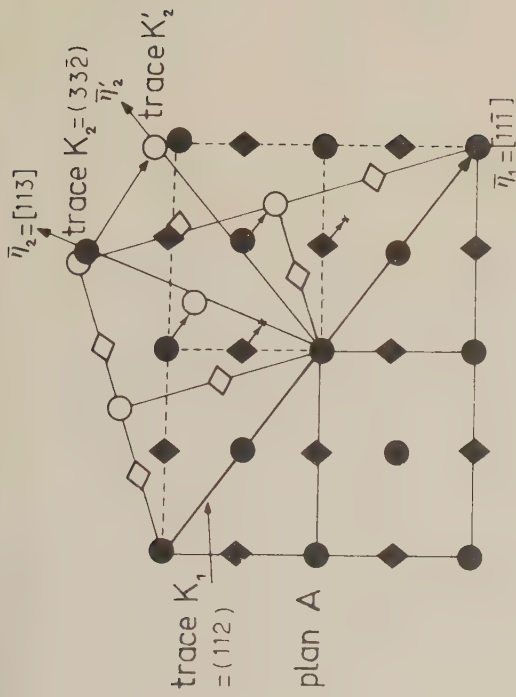
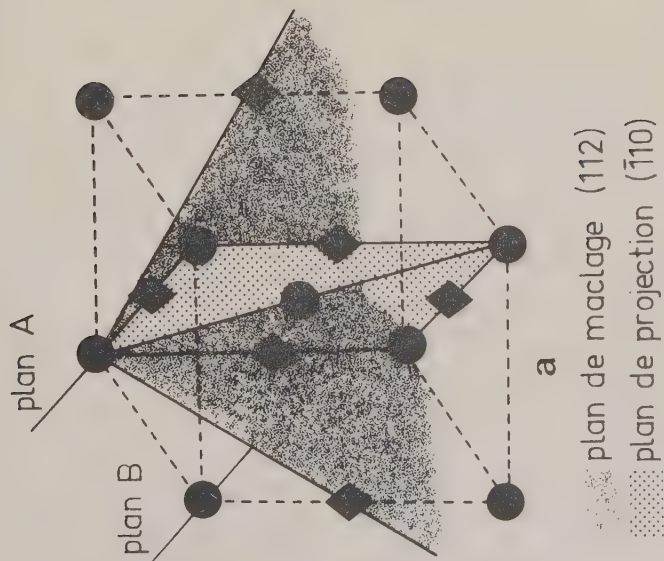


FIGURE 33

Etude géométrique du maclage dans la martensite quadratique

$$K_1 = (112) \quad \bar{\eta}_1 = [11\bar{1}3]$$

si les atomes de fer du plan A viennent en position correcte dans le réseau maclé à la suite du cisaillement, il n'en est pas de même pour les atomes de carbone. Ainsi, l'atome de carbone, initialement placé en $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 0$ se trouve par cisaillement en position $\frac{1}{4} \frac{1}{4} \frac{3}{4}$. Ce site n'est pas stable pour un atome de carbone qui doit alors subir un mouvement complémentaire $\frac{\vec{a} + \vec{b} + \vec{c}}{4}$ d'amplitude de $\frac{\sqrt{a^2 + c^2}}{4}$.

La figure 33 représente les mouvements des atomes dans un plan B. Tous les atomes de carbone du plan B se trouvent dans des sites interstitiels octaédriques après le cisaillement de maclage. Par contre, les atomes de fer ne viennent pas aux noeuds du réseau maclé. L'atome de fer placé en $\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2}$ vient par cisaillement en position $\frac{1}{4} \frac{3}{4} \frac{1}{4}$ non stable. L'atome subit alors un mouvement complémentaire $\frac{\vec{a} + \vec{b} - \vec{c}}{4}$ d'amplitude $\frac{\sqrt{a^2 + c^2}}{4}$.

Finalement, la moitié des atomes se trouve en position de maclage, l'autre moitié doit subir des réajustements d'amplitude $\frac{\sqrt{a^2 + c^2}}{4}$. Il est bien évident que ce mécanisme, associant un cisaillement d'ensemble et des réajustements de positions mineurs, est énergétiquement moins favorable que le mécanisme précédent.

c) Etude stéréographique

La figure 34 représente l'étude par projection stéréographique du maclage $(112)_{\alpha}$. La position des normales aux plans réticulaires de l'individu maclé se déduisent facilement de leurs positions avant maclage par symétrie par rapport à la trace du plan de cisaillement $(112)_{\alpha}$.

3 - Etude du maclage $\{011\}$

Sur un plan $\{011\}_{\alpha}$, les directions possibles de cisaillement sont $\langle 111 \rangle_{\alpha}$, ou $\langle 011 \rangle_{\alpha}$. Le cisaillement dans la direction $\langle 111 \rangle_{\alpha}$ est un glissement. Le cisaillement de maclage s'effectue donc sur un plan $\{011\}$ non parallèle à l'axe c de tétragonalité et dans une direction $\langle 011 \rangle$ contenue dans ce plan. Ce système de maclage est d'ailleurs celui observé dans l'indium (58).

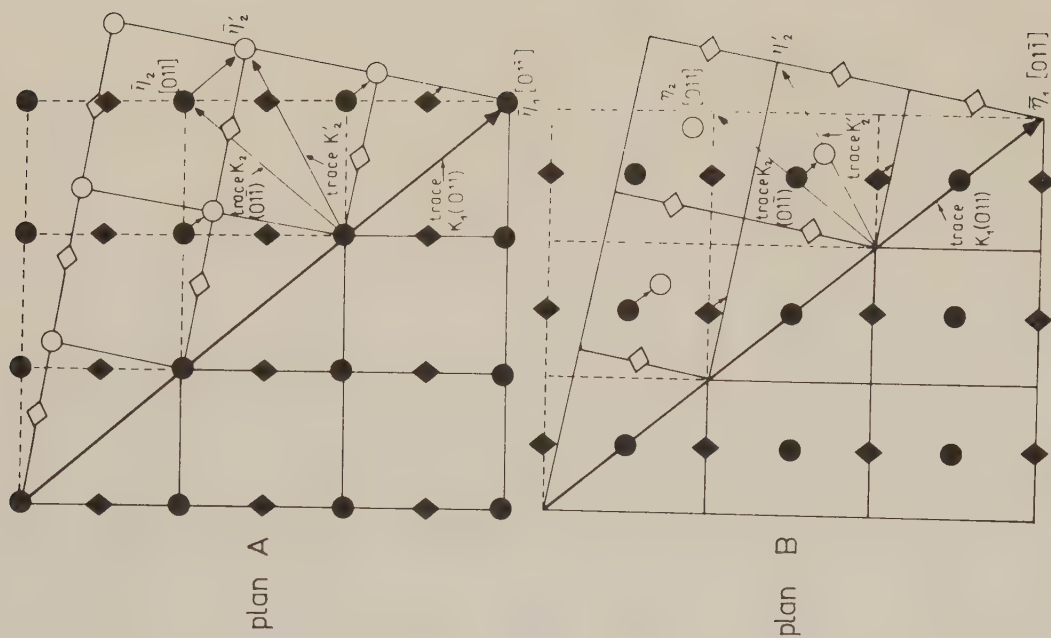
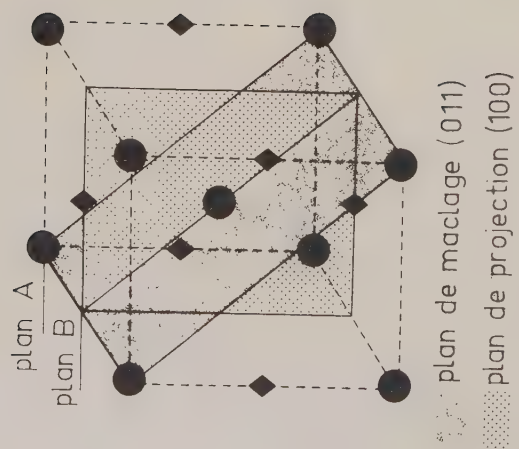


FIGURE 36

Etude géométrique du maillage (011)_α, [011]_α, de la martensite quadratique.

a) Maclage (011) [$\bar{0}\bar{1}1$]

Les éléments définissant le maclage sont :

$$K_1 = (011) \quad \bar{\eta}_1 = [\bar{0}\bar{1}1]$$

$$K_2 = (01\bar{3}) \quad \bar{\eta}_2 = [031]$$

$$\text{L'amplitude du cisaillement est } g = \frac{3 - \gamma^2}{4 \gamma}$$

La figure 35 représente l'empilement ABAB des plans (100) perpendiculairement à la direction [100]. Les mouvements atomiques sont alors complexes.

Dans le plan A, la moitié des atomes de fer viennent dans des positions stables ; par exemple, le fer placé en 0,2,0 vient par cisaillement en 0,1,1 dans le réseau maclé. L'autre moitié des atomes doit subir des "shuffles"; l'atome initialement placé en 0,1,0 se trouve par cisaillement en position $0 \frac{1}{2} \frac{1}{2}$; deux mouvements complémentaires sont alors possibles : par un déplacement $\frac{a}{2}$ il vient en $\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2}$ ou alors par un déplacement $\frac{\vec{b} + \vec{c}}{2}$ il vient en 0 1 1. Les atomes de carbone ne se trouvent jamais dans des sites octaédriques stables après le cisaillement. Ils subissent alors des déplacements $\frac{\vec{b} - \vec{c}}{4}$.

Dans le plan B, la moitié des atomes de fer viennent en position correcte de maclage, l'autre moitié doit subir des déplacements $\frac{a}{2}$. Les atomes de carbone ne se trouvent pas dans des sites stables et doivent se déplacer de $\frac{(\vec{b} - \vec{c})}{4}$.

En résumé, seulement la moitié des atomes de fer se trouve aux noeuds du réseau maclé, l'autre moitié doit subir des "shuffles". Les atomes de carbone ne se trouvent jamais dans des sites octaédriques stables.

b) Maclage (011) [01 $\bar{1}$]

Les éléments définissant le maclage sont alors :

$$K_1 = (011) \quad \overline{\eta}_1 = [01\bar{1}]$$

$$K_2 = (01\bar{1}) \quad \overline{\eta}_2 = [011]$$

L'amplitude du cisaillement de maclage est $g = \frac{\gamma^2 - 1}{\gamma}$. Comme précédemment, la figure 36 représente les mouvements atomiques dans les plans A et B.

Si tous les atomes de fer se trouvent en position de maclage après le cisaillement, il n'en est pas de même des atomes de carbone.

Dans le plan A, les atomes de carbone situés au milieu des axes c se retrouvent par cisaillement au milieu des axes a ou b dans le réseau maclé. Ils peuvent alors subir deux types de translations : $\frac{\vec{a}}{2}$ ou $\frac{\vec{b}}{2}$ ou encore $\frac{\vec{b} + \vec{c}}{2}$ pour venir dans un site octaédrique.

Dans le plan B, les atomes de carbone situés au centre des faces perpendiculaires à l'axe c viennent par cisaillement au milieu des faces perpendiculaires aux axes a ou b. Ils peuvent, là encore, venir dans des sites stables par translation $\frac{\vec{a}}{2}$ (ou $\frac{\vec{b}}{2}$) ou $\frac{\vec{b} + \vec{c}}{2}$.

c) Etude stéréographique

L'étude du maclage $(011)_\alpha$, par projection stéréographique est représentée sur la figure 37.

4 - Etude stéréographique de l'influence du maclage $(011)_\alpha$, sur le maclage $(112)_\alpha$.

Dans le cas où les macles $(112)_\alpha$, subissent un maclage $(011)_\alpha$, il est intéressant de connaître les nouvelles orientations de maclage.

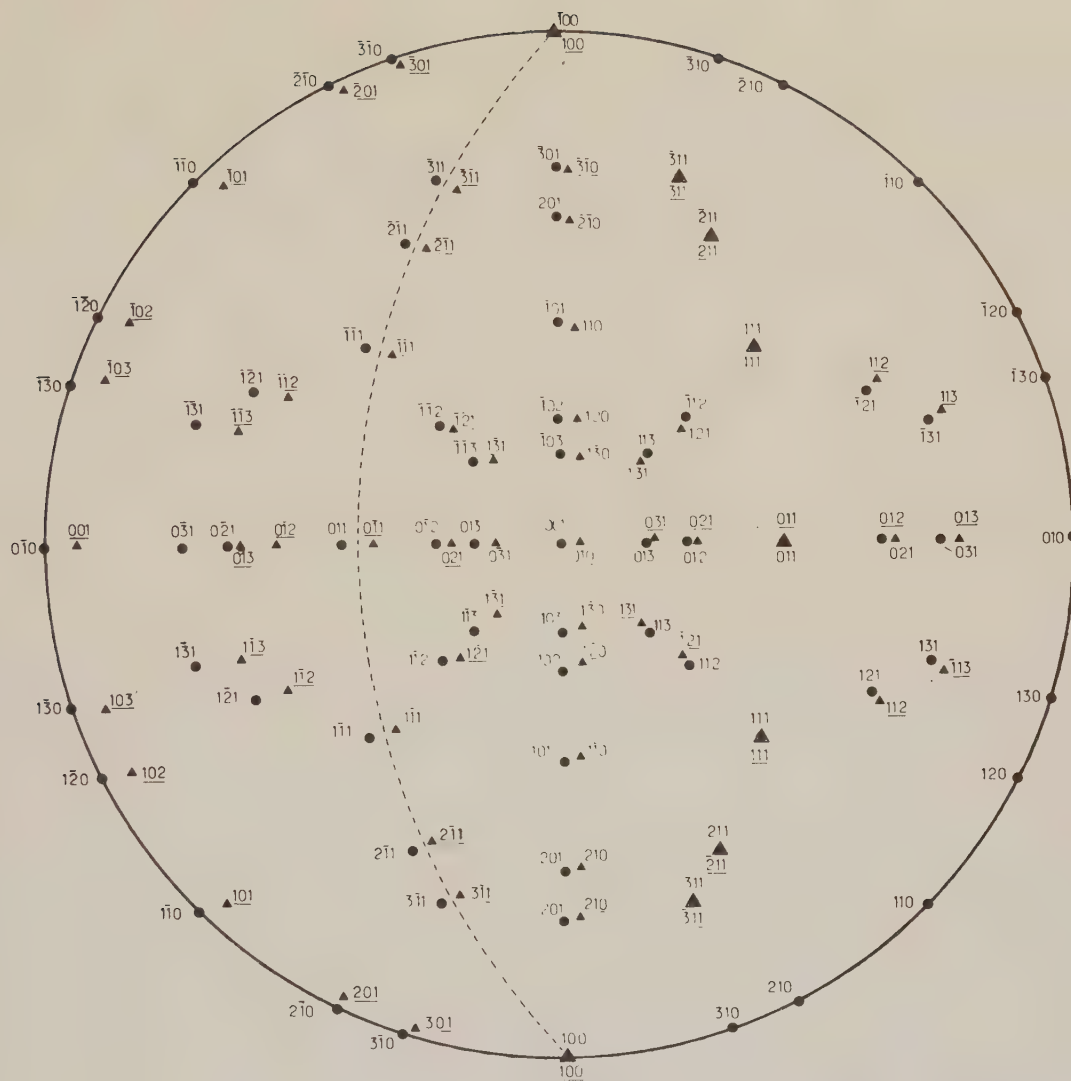


FIGURE 37

Etude des orientations de maclage $(011)_\alpha$, par projection stéréographique

- hkl avant maclage
- ▲ hkl après maclage

Le stéréogramme représenté sur *la figure 38* montre la position des normales aux différents plans réticulaires ayant subi le maclage $(112)_{\alpha}$, et leurs positions finales après le maclage $(011)_{\alpha}$.

5 - Conclusions partielles

Le maclage le plus probable sera celui qui n'implique que des mouvements d'ensemble des atomes. Les mouvements complémentaires désordonnés du type "shuffles" sont difficiles à concevoir surtout pour les atomes de fer. Compte tenu de la température à laquelle ils s'effectuent, nous pensons donc que les maclages énergétiquement les plus favorables sont ceux pour lesquels il y a un bon compromis entre l'amplitude des cisaillements et les mouvements complémentaires des atomes de carbone. Nous retenons, pour ces raisons, les deux systèmes :

$$(112)_{\alpha}, [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha},$$

$$(011)_{\alpha}, [01\bar{1}]_{\alpha},$$

III - ETUDE PAR MICRODIFFRACTION DES ELECTRONS

Il nous est maintenant possible d'expliquer la présence des taches dédoublées ou allongées relevées sur la plupart des clichés de microdiffraction. Nous étudierons en détail un cas représenté sur *la figure 39*.

Le cliché de diffraction (*figure 39 a*) présente des taches bien dédoublées. Le cliché théorique est schématisé sur *la figure 39 b*. ; il a été construit à partir des stéréogrammes représentés sur *les figures 34, 37, 38* et dans l'hypothèse d'un double maclage.

L'analyse des traces des plans de maclage sur le plan de coupe (*figure 39 c*) montre que la trace du plan passant par NT et $[\bar{1}\bar{1}3]_{\alpha}$, passe par le pôle du plan $(112)_{\alpha}$; la trace du plan passant par NT¹ et $[\bar{1}\bar{1}3]_{\alpha}$, passe par le pôle du plan $(011)_{\alpha}$.



- hkl pôles des plans déjà maclés
suivant $(112)_\alpha$,
- ▲ hkl pôles des plans remaclés
suivant $(011)_\alpha$,

Examinons attentivement le cliché de microdiffraction et le cliché théorique sur lequel les taches fondamentales sont représentées par des carrés blancs et les taches de maclage $(112)_{\alpha'}$, par des triangles noirs. Les taches fondamentales sont dédoublées :

- la tache $(\bar{1}\bar{1}0)$ est déformée par la présence, juste à côté, d'une tache $(\bar{1}01)$ résultant du maclage $(011)_{\alpha'}$.
- la tache $(\bar{2}11)$ est dédoublée. A côté se trouve la tache de diffraction du plan $(\bar{2}\bar{1}\bar{1})$ provenant du maclage $(011)_{\alpha'}$.
- la tache $(\bar{1}21)$ est dédoublée. La tache contigue, due au maclage $(011)_{\alpha'}$, est $(\bar{1}\bar{1}\bar{2})$.

Les taches provenant du maclage primaire $(112)_{\alpha'}$, sont elles-mêmes dédoublées :

- la tache se trouvant à côté de la tache $(\bar{1}01)$ résulte du maclage $(101)_{\alpha'}$, de l'individu qui est déjà maclé suivant $(112)_{\alpha'}$.

Il est important d'indiquer que les très nombreux clichés de microdiffraction que nous avons obtenus s'interprètent tous parfaitement en faisant l'hypothèse du double cisaillement de maclage.

Sur la *figure 40*, nous avons représenté le cas où le plan de maclage est parallèle au faisceau d'électrons. Le dédoublement des taches est plus ou moins discernable. Mais, là encore, le cliché théorique construit à partir de l'étude stéréographique des deux maclages explique les dédoublements visibles. Sur le stéréogramme (*figure 40 c*), nous avons fait figurer tous les pôles des plans diffractants ainsi que la trace du plan perpendiculaire aux micromacles $(112)_{\alpha'}$. Ce plan est parallèle à la direction des "streaks".

La *figure 41* est un dernier exemple de l'interprétation de ces dédoublements des taches de diffraction. Signalons que nous observons aussi



Etude du double maclage par micro-diffraction des électrons.

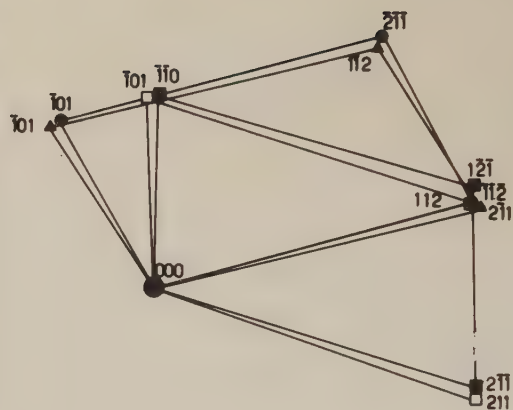


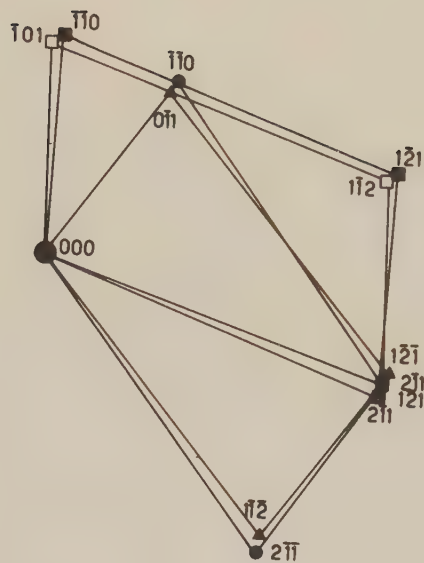
FIGURE 41

Etude du double maillage par micro-diffraction des électrons.

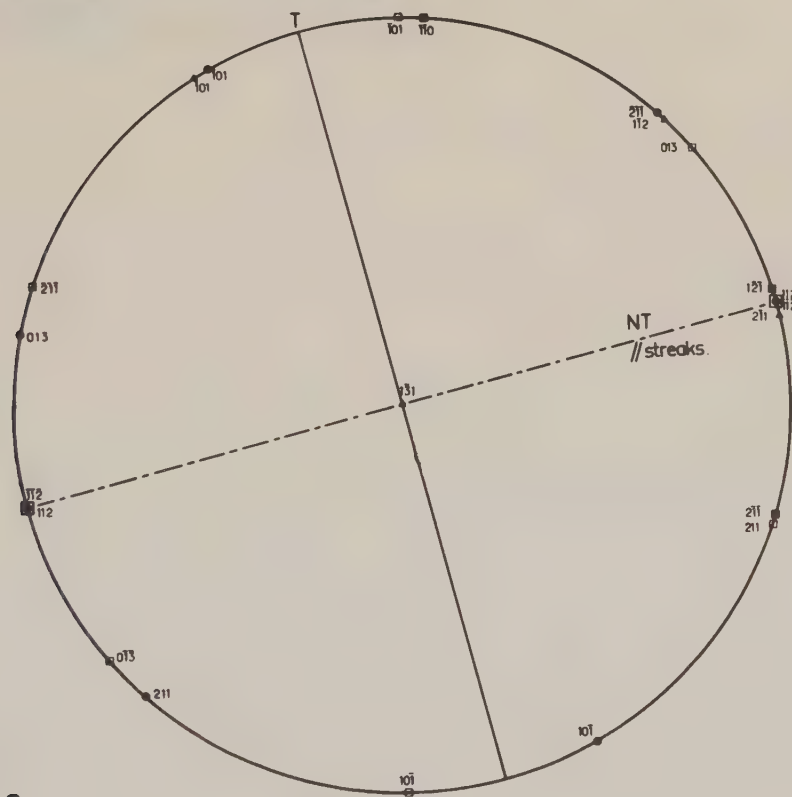
Axe de zone des taches fondamentales $[\bar{1}\bar{3}\bar{1}]_{\alpha'}$.



a



b



c

FIGURE 40

Etude du double maclage par microdiffraction des électrons.

Le plan de maclage $(112)_{\alpha'}$ est parallèle au faisceau d'électron.

Dans le cas d'une martensite cubique, les amplitudes sont égales mais les plans sont eux aussi cristallographiquement équivalents.

Tamura (59) note également l'absence du maillage (121) dans une martensite brute de trempe. Mais il montre qu'une déformation plastique de la martensite entraîne l'apparition de ce système de maillage.

sur le cliché de microdiffraction des lignes de diffusion du "type Katchaturyan".

IV - ABSENCE DU MACLAGE $(121)_{\alpha'}$

Nous avons mis en évidence l'existence et la coopération des maclages $(112)_{\alpha'}$ et $(011)_{\alpha'}$. En fait, ces deux maclages ne sont pas les seuls possibles dans un réseau quadratique.

Le maclage $(110)_{\alpha'}$ ne peut exister puisque le plan $(011)_{\alpha'}$ est un plan de symétrie de la maille. Par contre, le maclage $(121)_{\alpha'}$ est cristallographiquement possible. Nous n'avons jamais observé ce type de maclage dans toutes les martensites que nous avons étudiées. Cela semble être lié au fait que, pour une martensite quadratique, l'amplitude du cisaillement de maclage (121) est supérieure à celle du maclage (112) (figure 42).

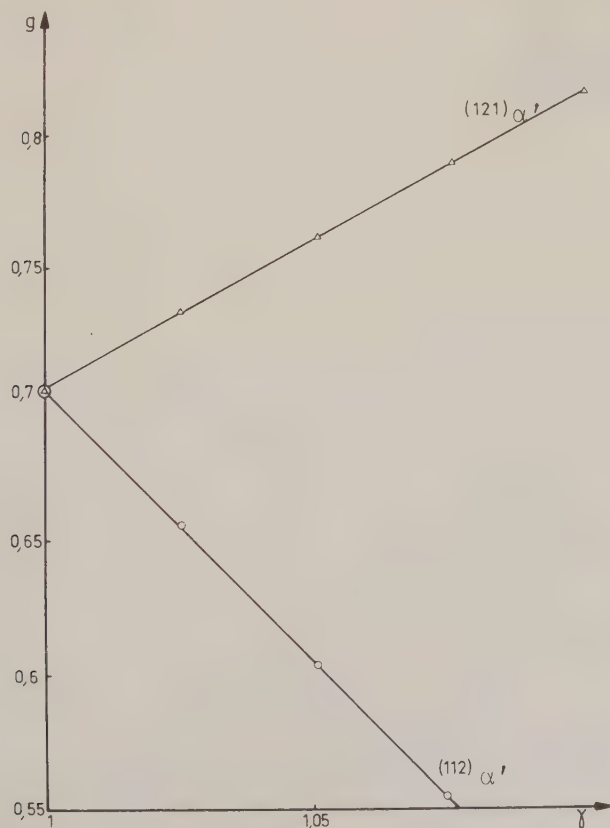


FIGURE 42

Variation de l'amplitude g des cisaillements de maclage $(112)_{\alpha'}$ et $(121)_{\alpha'}$ en fonction du rapport d'axes $\gamma = c/a$ de la martensite.

CHAPITRE IV

ETUDE ANALYTIQUE DE LA TRANSFORMATION MARTENSITIQUE

I - POSITION DU PROBLEME

1 - Rappel des théories actuelles

Différents traitements mathématiques de la transformation martensitique ont été formulés simultanément par Bowles et Mackenzie "B-M" (17) et par Wechsler, Liebermann et Read "W-L-R" (15) puis, quelques années plus tard par Bullough et Bilby (60). En fait, toutes ces théories sont équivalentes, elles sont basées sur l'existence d'un interface austénite-martensite (le plan d'accolement) invariant, c'est-à-dire non distordu et n'ayant subi aucune rotation. Suivant "B-M" l'équation principale, sous forme matricielle, est : $P_1 = RBP$.

La matrice R représente une rotation d'ensemble. B est la déformation homogène proposée initialement par Bain. Sur le plan mathématique, c'est une simple transformation affine qui fixe la correspondance entre les réseaux de la phase mère et du produit. Le cisaillement complémentaire P est un cisaillement à réseau invariant, c'est-à-dire un simple maclage ou glissement (*figure 43*).



Excepté le cas de la transformation $\{3, 10, 15\}_\gamma$, ces théories ne donnent pas entière satisfaction. On relève certaines divergences entre les résultats expérimentaux et les prévisions faites par calcul. Ces divergences portent sur un ou plusieurs, sinon sur tous les points suivants :

- plan d'accolement
- relations d'orientation
- amplitude du cisaillement de forme
- nature du ou des défauts internes de la phase produit

Afin de pallier ces différences qui n'ont aucune commune mesure avec les erreurs expérimentales, différents auteurs ont cherché à modifier la théorie initiale. Ainsi, par exemple, dans le cas de la transformation de type $\{225\}_\gamma$, Bowles et Mackenzie (17) ont introduit un paramètre $\underline{\delta}$. Cela revient à relâcher la condition d'existence d'un plan d'accolement non distordu. Si ce paramètre donne de bons résultats quant à la concordance des plans d'accolement calculé et expérimental (il suffit de bien l'ajuster pour qu'il en soit ainsi), il introduit une variation des relations d'orientation qui ne rendent alors plus compte de la réalité. De plus, une telle dilatation de l'interface ne semble pas réaliste. Ahlers (61), propose d'utiliser un cisaillement de maillage $\{112\}_\alpha, <\bar{1}\bar{1}1>_\alpha$, provenant de $\{113\}_\gamma <\bar{1}\bar{1}0>_\gamma$ et non pas de $\{101\}_\gamma <\bar{1}01>_\gamma$ suivant la correspondance de Bain que nous utilisons. Le plan d'accolement ainsi prévu est bien de la forme $\{225\}_\gamma$ mais il y a alors incohérence totale entre les amplitudes de déformation de forme calculée et expérimentale qui sont voisines respectivement de 0,34 et 0,20. Cet exemple montre bien la complexité du problème.

En résumé, pour que le traitement mathématique soit réaliste, il doit non seulement tenir compte mais aussi rendre compte, d'une façon aussi parfaite que possible, de tous les faits expérimentaux. Le problème est de savoir si l'on dispose de données expérimentales suffisantes pour envisager une solution. Si tous les auteurs

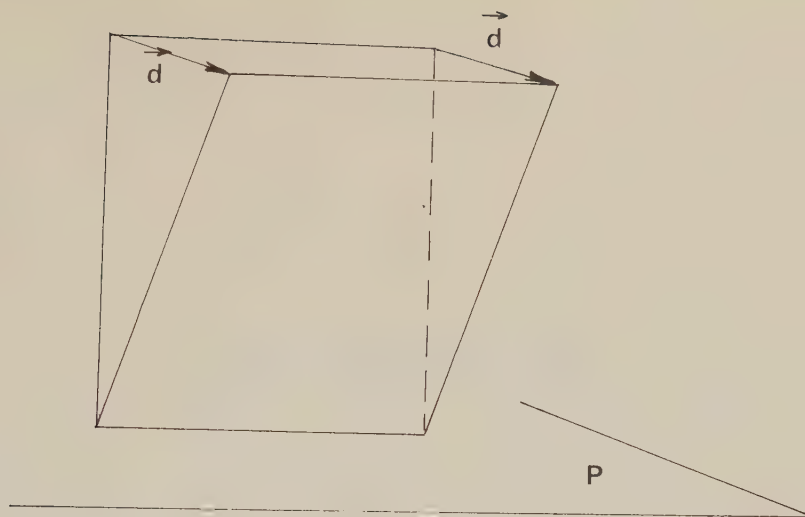


FIGURE 43

Représentation d'un cisaillement à réseau invariant :
le vecteur $\vec{d}$ est parallèle au plan p .

La déformation BP ne fait que produire un plan d'accolement non distordu qui a cependant subi une rotation par rapport à sa position initiale. La rotation $\underline{R}$ ramène le plan non distordu à sa position initiale. La déformation à plan invariant P_1 est prise dans son acception la plus générale. Elle implique un cisaillement simple du type maillage associé à une variation volumique (figure 44). La déformation P_1 est un cisaillement sur le plan de normale unitaire $\vec{p}_1^*$ dans la direction $\vec{d}_1$ et d'amplitude m_1 . La direction $\vec{d}_1$ n'est pas parallèle au plan de cisaillement p_1 .

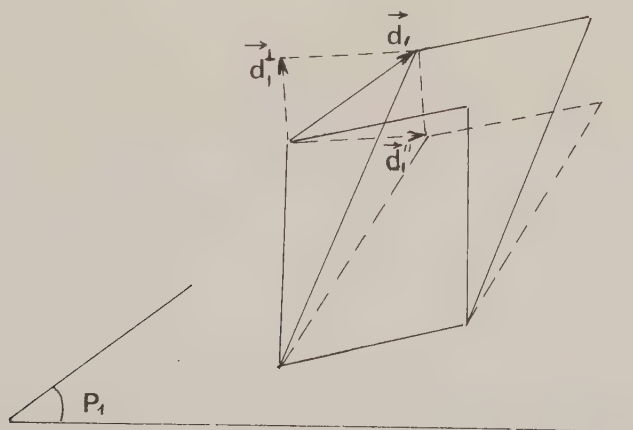


FIGURE 44

Schéma d'une déformation de forme P_1 : le vecteur $\vec{d}_1$ n'est pas parallèle au plan p_1

La théorie de Bowles et Dunne ne permet pas de prévoir à la fois un plan d'accolement du type $\{hkl\}_\gamma$ et des relations d'orientation, entre la phase mère et le produit, à directions compactes non parallèles.

Les traitements mathématiques, développés simultanément par Acton et Bevis et par Ross et Crocker semblent plus proches de la réalité. Nous utiliserons la théorie de Ross et Crocker car bien, qu'équivalente à celle d'Acton et Bevis, elle conduit à un calcul qui suit de très près la séquence des opérations de base de l'étude stéréographique conventionnelle.

2 - Utilisation des données expérimentales

Le développement mathématique de la théorie de la transformation martensitique nécessite la connaissance du paramètre a_0 de l'austénite-mère, des paramètres a et c de la martensite quadratique et des éléments du (ou des) cisaillement (s) complémentaire (s). L'ordre des cisaillements est également nécessaire si plusieurs cisaillements prennent part à la formation d'une aiguille de martensite.

Les paramètres, que donne la diffraction des rayons X sont mesurés à la température de transformation de l'austénite puisque la température M_S de début de formation de la martensite est pratiquement la même que la température à laquelle sont faites les mesures :

$$\begin{array}{ll} \text{Austénite} & a_0 = 3,61_3 \text{ \AA} \\ \text{Martensite} & \left\{ \begin{array}{l} a = 2,85_1 \text{ \AA} \\ c = 3,00_7 \text{ \AA} \end{array} \right. \end{array}$$

Nous nous sommes assuré qu'il n'y avait ni self-tempering, ni revenu de la martensite au cours de l'amincissement mécanique ou électrolytique. Ce début de revenu de la martensite est à éviter car il entraîne une variation des paramètres d'ailleurs beaucoup plus sensible sur c que sur a et la valeur de la distorsion principale η_3 suivant l'axe O_z de l'austénite serait assez différente de sa valeur réelle.

s'accordent à reconnaître la complexité de la structure interne des aiguilles de martensite et par là même, envisagent plusieurs cisaillements, ni la nature, ni l'ordre et l'importance des uns par rapport aux autres, n'ont été correctement définis.

Récemment, Liebermann (62), Bowles et Dunne (63), Acton et Bevis (64) ainsi que Ross et Crocker (65) ont proposé un traitement mathématique nouveau faisant intervenir plusieurs cisaillements complémentaires. Le tableau I permet de comparer ces différentes théories. Parmi ces nouvelles voies, nous remarquons que la théorie de Liebermann ne semble pas adaptée car il a été prouvé non seulement que la phase produit est triclinique et non quadratique mais aussi que l'association des différents cisaillements est réductible à un seul cisaillement ce qui n'apporte aucune solution nouvelle.

TABLEAU I

Comparaison des différentes théories

Déformation de forme		Cisaillements complémentaires	Déformation de réseau
Bowles et Mackenzie	$P = RBP$ $= I + m_{11} d_{11} p'$	$P = I + m d p'$	RB
Bowles et Dunne	$S_R = RBC^{-1} P$ $= I + m d p'$	$C^{-1} P = (I + m_2 [\bar{1}01](hkh) \times$ $(\{I+b_1 [0\bar{1}\bar{1}]n'_1\} \{I+b_2 [110]n'_2\}))$	RB
Acton et Bevis	$F = RBTS$ $= (I + \gamma u h')$	$TS = (I + t l m') (I + s a b')$	RB
Ross et Crocker	$F = RBS \begin{smallmatrix} S \\ 2 \end{smallmatrix} \begin{smallmatrix} 1 \\ 1 \end{smallmatrix}$ $= (I + \mu d \gamma')$	$S \begin{smallmatrix} S \\ 2 \end{smallmatrix} \begin{smallmatrix} 1 \\ 1 \end{smallmatrix} = (I + g \begin{smallmatrix} 1^2 \\ 2 \end{smallmatrix} \begin{smallmatrix} m^2 \\ 1 \end{smallmatrix}) \times$ $(I + g \begin{smallmatrix} 1^1 \\ 1 \end{smallmatrix} \begin{smallmatrix} m^1 \\ 1 \end{smallmatrix})$	RB

- a) - Les deux cisaillements peuvent être combinés de façon à ce qu'un seul cisaillement puisse les représenter. Il n'est plus alors question, à proprement parler, de double cisaillement. C'est le cas de la déformation composée, proposée par Liebermann (62).
- b) - Les deux cisaillements ne sont pas réductibles à un cisaillement unique et c'est le cas des deux cisaillements $(112)_{\alpha}$, et $(011)_{\alpha}$, que nous considérons.

L'analyse stéréographique n'est donc pas adaptée à l'étude de notre problème. Le seul moyen restant à notre disposition est donc le calcul matriciel.

II - ANALYSE MATRICIELLE DE LA TRANSFORMATION

Comme toutes les théories qui l'ont précédée, l'analyse matricielle de la transformation proposée par Ross et Crocker (65) repose sur l'existence d'un interface austénite-martensite non distordu. Ce plan d'accrolement est défini par deux vecteurs invariants, à la fois en module et en direction, au cours de la transformation.

Initialement, cette théorie n'avait pour but que de donner à l'étude matricielle un degré de liberté supplémentaire à savoir l'amplitude g_2 du second cisaillement. Si le maillage $(112)_{\alpha}$, intervient effectivement comme cisaillement à réseau invariant, les auteurs ont envisagé comme mode de déformation supplémentaire tous les glissements sur des plans $(hkl)_{\alpha}$, en zone avec $[111]_{\alpha}$. De cette façon, ils prévoient deux mécanismes donnant des plans d'accrolement voisins de $\{225\}_{\gamma}$. Le plan d'accrolement expérimental que nous obtenons est à $12^{\circ}30'$ du plan $\{225\}_{\gamma}$ le plus proche. De ce fait, en ne considérant que des variations de paramètres des deux phases, il est impossible d'expliquer notre plan expérimental "h" par le processus retenu par Ross et Crocker. Nous utiliserons d'autres systèmes de cisaillements à

Les deux systèmes de cisaillement à réseau invariant sont, dans notre cas, deux cisaillements de maclage dont les éléments déterminés expérimentalement sont :

$$\text{Premier maclage} \quad S_1 : K_1 = (112)_{\alpha}, \quad \eta_1 = [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha},$$

$$\text{Second maclage} \quad S_2 : K_1 = (011)_{\alpha}, \quad \eta_1 = [01\bar{1}]_{\alpha},$$

Seuls ces résultats expérimentaux sont nécessaires au calcul matriciel. Les autres éléments cristallographiques expérimentaux de la transformation :

normale au plan d'accrolement : $[0,2588 ; 0,8038 ; 0,5592]_{\gamma}$

relations d'orientation $(111)_{\gamma} // (011)_{\alpha},$
 $[\bar{1}01]_{\gamma}$ à 2° de $[\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha},$
 $[1\bar{2}1]_{\gamma}$ à 3° de $[2\bar{1}1]_{\alpha},$

seront directement comparés aux éléments cristallographiques calculés.

3 - Possibilité d'une étude stéréographique

Bowles et Mackenzie (18), Liebermann (66) ont montré la possibilité d'étudier graphiquement, par projection stéréographique, les différents mouvements intervenant lors de la transformation martensitique. En fait, leurs études graphiques ne concernent que les martensites dont les seuls défauts internes étaient supposés être dus au maclage $(112)_{\alpha'}$. Dans ce cas simple, il est possible de représenter stéréographiquement les plans K_2 et K'_2 définis au chapitre III paragraphe II.1 qui sont respectivement les traces du second plan non déformé avant et après maclage.

Dans le cas où deux cisaillements de maclage ou de glissement concourent à la formation de la martensite, deux solutions sont possibles :

b) Calcul des amplitudes critiques g'_1 et g''_1 du premier cisaillement S_1 .

La transformation totale est représentée par la matrice $F = RBS_2S_1$. La matrice de rotation R ne fait que ramener le plan d'accolement issu de la déformation BS_2S_1 dans sa position initiale ; elle n'a aucune influence sur la valeur de l'amplitude du cisaillement. Considérons donc la matrice $P = RS_2S_1$ et plaçons nous dans la base $\underline{a}$ du premier cisaillement.

La transformation représentée par (aPa) sera une déformation à plan invariant si et seulement si l'une des valeurs propres de la matrice (aPa) est égale à l'unité, l'autre inférieure à l'unité et la troisième supérieure à l'unité. Les valeurs propres λ_i de la matrice P sont calculées en résolvant l'équation :

$$\det [P'P - \lambda^2 I] = 0$$

où P' représente la transposée de P et I la matrice unitaire.

Dans le cas particulier où l'une des valeurs propres est égale à l'unité, l'équation précédente s'écrit :

$$\det [P'P - I] = 0$$

Cette dernière équation, du second degré en g_1 , est de la forme $Ag_1^2 + Bg_1 + C = 0$. Les coefficients A , B et C sont des fonctions de l'amplitude du second cisaillement g_2 .

La suite du calcul se fait successivement avec l'une et l'autre des deux valeurs de g_1 .

c) Détermination de la normale h au plan d'accolement

Le plan d'accolement, invariant de la transformation, est défini par deux de ses vecteurs qui ne subissent aucune modification en module, direction et sens, durant la transformation.

réseau invariant et en particulier celui que nous avons déterminé expérimentalement.

1 - Mise en équations de la transformation

a) Notations utilisées

Nous utilisons trois bases orthonormées notées

f formée par les trois vecteurs de base du réseau cubique à faces centrées de l'austénite.

a formée des trois vecteurs l^1 , m^1 et $l^1 \times m^1$. Les vecteurs l^1 et m^1 sont respectivement la direction et la normale au plan définissant le premier cisaillement de maillage S_1

o formée des trois vecteurs l^2 , m^2 et $l^2 \times m^2$. Les vecteurs l^2 et m^2 sont respectivement la direction et la normale au plan définissant le second cisaillement de maillage S_2

Dans la base f la matrice représentant la déformation homogène de

$$\text{Bain est } (fBf) = \begin{pmatrix} \eta_1 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_1 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_3 \end{pmatrix}$$

De la même façon la matrice $(aS_1a) = \begin{pmatrix} 1 & g_1 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$ représente le premier cisaillement dans la base a et

$(oS_2o) = \begin{pmatrix} 1 & g_2 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$ le second cisaillement dans la base o.

Nous utiliserons aussi les matrices de rotation notées (fRa) , (fRo) et aRo qui sont respectivement les matrices de passage de la base a à la base f, de la base o à la base f et de la base o à la base a.

$$(w_{11} - 1)x^2 + (w_{22} - 1)y^2 + (w_{33} - 1)z^2 + 2w_{12}xy + 2w_{23}yz + 2w_{31}zx = 0 \quad (5)$$

Le vecteur $\vec{u}$ subit ensuite la déformation homogène de Bain. Son module doit encore rester invariant durant cette transformation. Cette condition s'écrit :

$$\vec{v}' \cdot \vec{v} = \vec{v}' \cdot B' B \vec{v} \quad (6)$$

Rappelons que la déformation de Bain est représentée par une matrice diagonale dont les termes sont :

$$\eta_1 = \eta_2 = \frac{a\sqrt{2}}{a_0} \text{ et } \eta_3 = \frac{c}{a_0}$$

L'équation du cône de section circulaire résultant de la transformation de Bain est

$$(\eta_1^2 - 1)x^2 + (\eta_2^2 - 1)y^2 + (\eta_3^2 - 1)z^2 = 0 \quad (7)$$

Le fait que le vecteur $\vec{v}$ est unitaire se traduit par $\vec{v}' \cdot \vec{v} = 1$ ou encore

$$x^2 + y^2 + z^2 - 1 = 0 \quad (8)$$

La résolution du système formé par les trois équations (5) (7) et (8) permet de déterminer, s'il n'y a pas de dégénérescence, quatre vecteurs $\vec{v}$ soient $\vec{v}_1, \vec{v}_2, \vec{v}_3$ et $\vec{v}_4$ qui sont invariants en module dans la transformation $P = B S S^{-1}$. Nous pouvons immédiatement déterminer les quatre vecteurs $\vec{u}$ soient $\vec{u}_1, \vec{u}_2, \vec{u}_3$ et $\vec{u}_4$ dont sont issus les vecteurs $\vec{v}$;

$$\vec{u} = S_1^{-1} S_2^{-1} \vec{v}$$

Combinés deux à deux, les quatre vecteurs $\vec{u}$ définissent six plans. Parmi ces six plans, qui sont des plans d'accolement potentiels, nous recherchons le plan d'accolement en imposant une condition supplémentaire : l'angle α compris entre les deux vecteurs $\vec{u}$ définissant un plan ne doit pas être modifié par la transformation. Cette dernière condition implique que le plan ne subit aucune distorsion.

Considérons dans la base f un vecteur $\vec{u}$ appartenant au plan d'accolement. Soit $\vec{v} \begin{pmatrix} x \\ y \\ z \end{pmatrix}$ son transformé par le double cisaillement $S_2 S_1$ (figure 45).

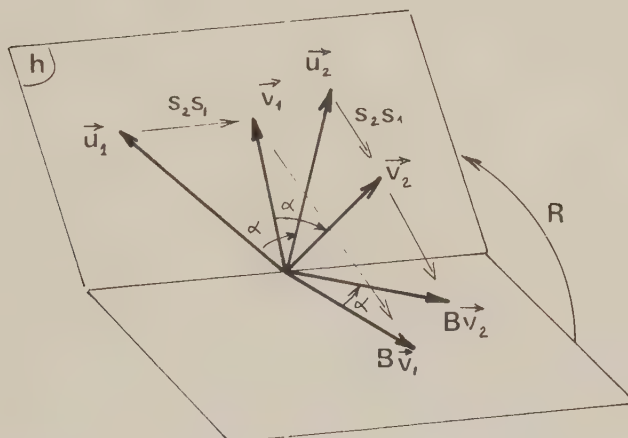


FIGURE 45

$$\vec{v} = (fS_2 f) (fS_1 f) \vec{u} \quad (1)$$

Ecrivons que le module du vecteur $\vec{u}$ est inchangé dans le double cisaillement $S_2 S_1$

$$\vec{v}' \cdot \vec{v} = \vec{u}' \cdot \vec{u} \quad (2)$$

Sachant que $\vec{u} = (fS_1 f)^{-1} (fS_2 f)^{-1} \vec{v}$ l'équation (2) s'écrit

$$\vec{v}' \cdot \vec{v} = \vec{v}' W \vec{v} \quad (4)$$

en posant

$$W = \{(fS_1 f)^{-1} (fS_2 f)^{-1}\}' (fS_1 f)^{-1} (fS_2 f)^{-1}$$

La matrice $\underline{W}$ est symétrique. Si w_{ij} sont les différents termes de cette matrice, l'équation (4) du cône, non circulaire, de double cisaillement est :

Donc :

$$\Delta V = \det . B = \eta_1^2 . \eta_3 = 1 + \mu \vec{d} \cdot \vec{h}$$

Connaissant η_1 et η_3 , il ne reste qu'à évaluer le produit scalaire $\vec{d} \cdot \vec{h}$ pour connaître l'amplitude μ du cisaillement sur le plan de normale unitaire $\vec{h}$ et dans la direction $\vec{d}$. Pour y parvenir nous considérons la matrice $Z = F' \cdot F$ équivalente à $Z = S'_1 S'_2 B' B S_2 S_1$ car la matrice R est orthogonale ($R' = R^{-1}$). Toutes les matrices écrites à droite dans cette dernière équation sont connues donc nous pouvons calculer les neuf éléments z_{ij} de la matrice Z . La trace T de la matrice Z est $T = z_{11} + z_{22} + z_{33}$. Nous pouvons aussi déterminer la matrice $Z = F' F$ en considérant maintenant que la matrice F représentant la déformation totale peut s'écrire aussi :

$$\left\{ I + \mu \begin{pmatrix} d_1 \\ d_2 \\ d_3 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} h_1 & h_2 & h_3 \end{pmatrix} \right\}$$

Dans ce dernier cas la trace T de la matrice Z est

$$T = 3 + 2 \mu \vec{d} \cdot \vec{h} + \mu^2$$

Donc

$$z_{11} + z_{22} + z_{33} = 3 + 2 \mu \vec{d} \cdot \vec{h} + \mu^2$$

et en remplaçant $\mu \cdot \vec{d} \cdot \vec{h}$ par $\eta_1^2 \eta_3 - 1$ nous obtenons finalement :

$$\mu^2 = z_{11} + z_{22} + z_{33} - 1 + 2 \eta_1^2 \eta_3$$

Calcul des composantes du vecteur de déplacement $\vec{d}$

Nous venons de calculer tous les termes z_{ij} de la matrice Z , donc en particulier les termes diagonaux z_{ii} .

En considérant à nouveau la matrice F sous la forme $\{I + \mu \vec{d} \cdot \vec{h}\}$ nous pouvons calculer l'expression en fonction de μ , d_i et h_i des termes diagonaux de la matrice Z :

Par exemple, les deux vecteurs $\vec{u}_1$ et $\vec{u}_2$ définiront un plan d'accolement de normale unitaire $\vec{h} = \frac{\vec{u}_1 \times \vec{u}_2}{|\vec{u}_1 \times \vec{u}_2|}$ si l'angle compris entre les vecteurs $\vec{u}_1$ et $\vec{u}_2$ est égal à l'angle compris entre $B\vec{v}_1$ et $B\vec{v}_2$.

Analytiquement cette dernière condition s'écrit :

$$\vec{u}'_1 \cdot \vec{u}'_2 = \vec{v}'_1 \cdot B'B \vec{v}_2 \quad (9)$$

d) Détermination de la matrice F représentant la déformation totale

La matrice représentant la déformation totale s'écrit dans la base f

$$F = \left(I + \mu \begin{pmatrix} d_1 \\ d_2 \\ d_3 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} h_1 & h_2 & h_3 \end{pmatrix} \right)$$

où μ représente l'amplitude de cisaillement
 d_1, d_2, d_3 les composantes du vecteur $\vec{d}$ de déplacement
 h_1, h_2, h_3 les composantes du vecteur $\vec{h}$ normal au plan d'accolement

Calcul de μ

Le déterminant de la matrice F représente la variation volumique accompagnant la transformation d'une maille élémentaire d'austénite en une maille élémentaire de martensite.

$$\Delta V = \det P = 1 + \mu \vec{d} \cdot \vec{h}$$

Les déterminants des matrices R , S_1 et S_2 sont unitaires puisque ces transformations (rotation et cisaillement à réseau invariant) ne s'accompagnent d'aucune variation de volume des phases concernées. Seule la transformation homogène de Bain, représentée par la matrice B, s'accompagne d'une variation volumique.

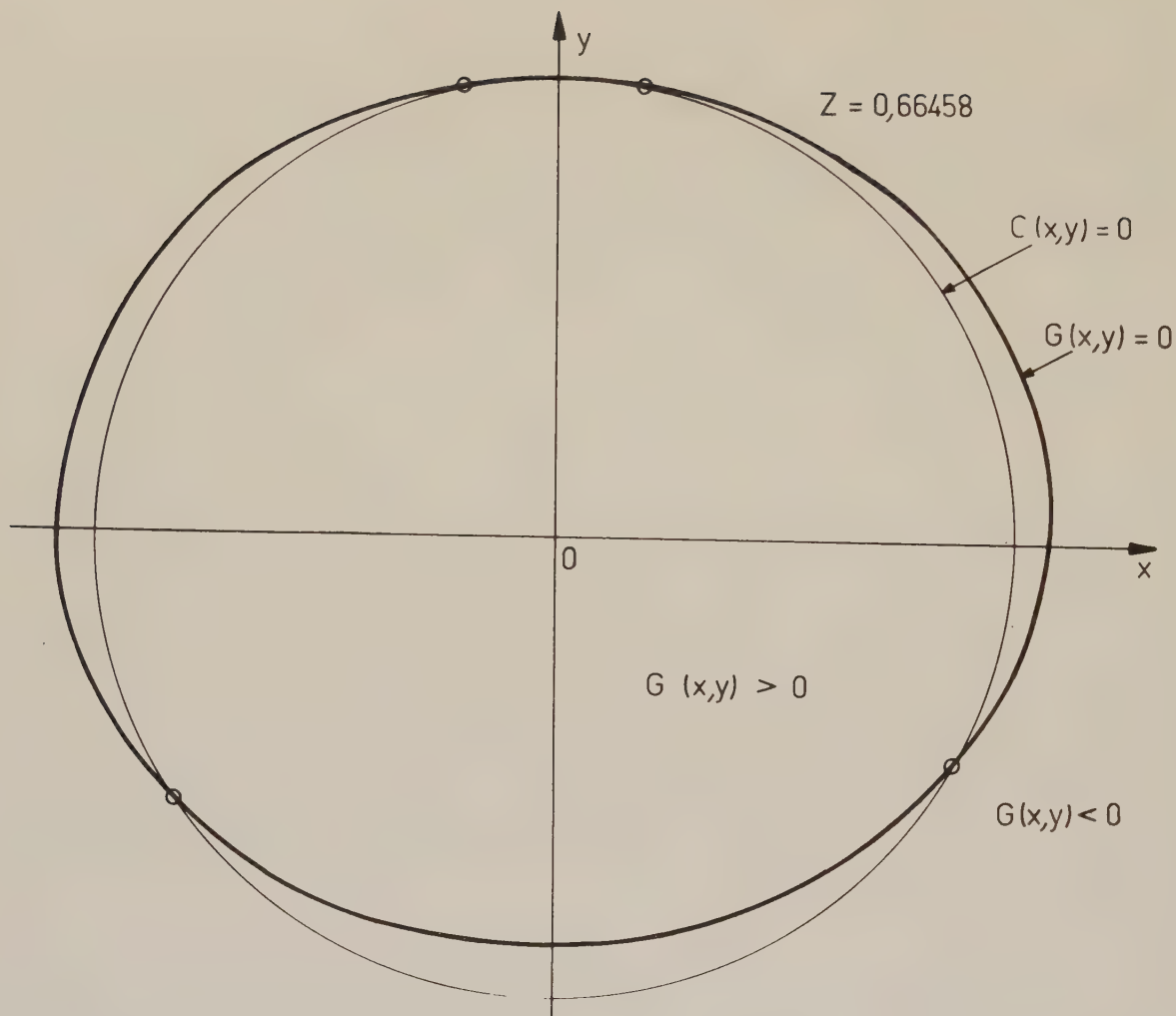


FIGURE 46

Intersection du cône de Bain avec l'ellipsoïde de double cisaillement à la cote z

$$z_{ii} = 1 + 2 \mu d_i h_i + \mu^2 h_i^2$$

Les composantes du vecteur $\vec{d}$ sont alors données par

$$d_i = \frac{z_{ii} - 1 - \mu^2 h_i^2}{2\mu h_i}$$

Connaissant les composantes de la normale $\vec{h}$ au plan d'accolement, de la direction $\vec{d}$ de déplacement et l'amplitude du déplacement, nous pouvons calculer tous les termes de la matrice F représentant la déformation totale.

e) Détermination des relations d'orientation entre l'austénite mère et le produit

Les relations d'orientation sont définies d'une façon générale par la matrice RB représentant la partie déformation de réseau de la déformation totale F. La matrice D = RB se calculera facilement par la relation :

$$D = RB = F S_1^{-1} S_2^{-1}$$

2 - Réalisation d'un programme de calcul sur ordinateur

Nous avons remarqué que la détermination des composantes de la normale $\vec{h}$ au plan d'accolement entre les deux phases conduisait à la résolution d'un système de trois équations (5) (7) et (8) à trois inconnues x, y et z. La résolution de ce système non linéaire ne peut se faire que par itération en utilisant la méthode de linéarisation de Newton (67). Initialement, nous n'avons donc programmé que cette partie du calcul. Le reste du calcul matriciel, bien que long et fastidieux, peut être effectué sans avoir recours à l'ordinateur.

Le cône de double cisaillement donne une intersection pseudo-elliptique avec le plan de cote z dont l'équation est $G_{(x,y)}$. Nous générons les points du cercle $C_{(x,y)}$ avec un pas angulaire de 1/10ème de degré et nous recherchons pour chaque point (x, y) ainsi défini, le signe pris par $G_{(x,y)}$. Pour tout point intérieur à la surface définie par la pseudo-ellipse, $G_{(x,y)}$ est du signe de

$$(1 - w_{33}) \left(\frac{1 - \eta_1^2}{\eta_3^2 - \eta_1^2} \right)$$

par contre, pour tout point extérieur à cette même surface $G_{(x,y)}$ est du signe

$$(w_{33} - 1) \left(\frac{1 - \eta_1^2}{\eta_3^2 - \eta_1^2} \right)$$

Nous pouvons ainsi encadrer les points d'intersection puis en réduisant le pas angulaire d'exploration, obtenir la précision désirée qui est de l'ordre de 10^{-5}

Etude de l'influence des différents facteurs

Le programme est conçu de façon à pouvoir faire varier successivement ou simultanément tous les éléments intervenant dans la transformation sauf l'amplitude g_1 du premier cisaillement qui est calculée de façon à ce que l'une des valeurs propres de la matrice P soit égale à l'unité.

L'étude de l'influence des divers facteurs sera développée au paragraphe suivant.

3 - Influence de l'amplitude du second cisaillement

Il est bien évident que la valeur exacte de l'amplitude g_2 du second cisaillement complémentaire $(011)_\alpha$, $\langle 0\bar{1}1 \rangle_\alpha$, est difficile à prévoir expérimentalement. L'étude géométrique de ce type de maclage nous a cependant donné une valeur

L'étude de l'influence des différents paramètres tels que les plans et les directions de cisaillement, les distorsions principales etc.... nécessite la répétition des calculs et nous avons été amené à programmer la totalité du calcul. Le programme réalisé présente certaines particularités que nous allons aborder brièvement.

Résolution du système d'équations

La résolution classique du système par la méthode de linéarisation de Newton ne nous a pas donné satisfaction en ce sens que les itérations successives et nombreuses nous ont donné, au plus, deux vecteurs $\vec{v}$ solutions. Deux cas étaient alors possibles ou le système n'admettait réellement que deux solutions, nous étions alors dans un cas de dégénérescence, ou alors certaines solutions étaient ignorées. Nous avons alors recherché une autre méthode de résolution basée sur le fait qu'il est possible de déterminer à partir des équations (7) et (8) la cote z d'intersection du cône de Bain avec la sphère unitaire $x^2 + y^2 + z^2 = 1$. Cette méthode n'est évidemment applicable que dans le cas où la martensite est quadratique (ou cubique) c'est-à-dire lorsque les distorsions principales η_1 et η_2 sont égales. Ayant déterminé la cote

$$z = \left(\frac{1 - \eta_1^2}{\eta_3^2 - \eta_1^2} \right)^{1/2}$$

d'intersection, nous avons représenté graphiquement (*figure 46*) la trace des deux cônes dans le plan (x, y) de cote z déterminée précédemment. Nous voyons sur la figure qu'il existe réellement quatre points d'intersection dont nous allons déterminer les coordonnées avec précision.

Le cône de Bain est un cône de révolution autour de l'axe O_z , donc son intersection avec le plan de cote

$$z = \left(\frac{1 - \eta_1^2}{\eta_3^2 - \eta_1^2} \right)^{1/2}$$

est un cercle d'équation $C_{(x,y)}$ et de rayon

$$r = \left(\frac{\eta_3^2 - 1}{\eta_3^2 - \eta_1^2} \right)^{1/2}$$

De plus, dans le cas II, l'amplitude g_1 décroît pratiquement linéairement en fonction de g_2 . Au contraire, dans le cas I, l'amplitude g_1 croît linéairement en fonction de g_2 . Ces constatations nous incitent à penser que le maclage $(011)_\alpha$, $[0\bar{1}\bar{1}]_\alpha$, intervient dans le même sens que le maclage initial $(112)_\alpha$, $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$. Il favorise la transformation en diminuant l'amplitude des mouvements atomiques. Le maclage $(011)_\alpha$, $[0\bar{1}\bar{1}]_\alpha$, semble, quant à lui, gêner la progression du maclage $(112)_\alpha$, $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$, qui doit alors avoir une amplitude plus grande, donc des mouvements atomiques supérieurs pour se développer.

b) Influence sur la position du plan d'accrolement

La figure 48 montre que pour g_2 nul, c'est-à-dire dans le cas d'un cisaillement de maclage $(112)_\alpha$, $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\alpha$, unique, le plan d'accrolement calculé se trouve à $1^\circ 20$ du plan $\{3\ 10\ 15\}_\gamma$ observé habituellement dans les martensites d'alliages dont la température M_s se situe très en-dessous de la température ambiante. Lorsque g_2 croît et atteint une valeur voisine de 0,050, nous obtenons un plan d'accrolement très voisin du plan expérimental dont le pôle rationnel le plus proche est $(132)_\gamma$.

Il nous est enfin possible de prévoir, pour des valeurs de g_2 beaucoup plus élevées, g_1 devenant alors très faible, un plan d'accrolement voisin du plan $(111)_\gamma$ observé pour des martensites dont la température M_s est très élevée (martensites en lattes à très bas carbone).

c) Influence sur les relations d'orientation

Expérimentalement, nous avons montré que si le parallélisme entre les plans denses dans les deux phases est bien respecté, il n'en est pas de même pour les directions denses dans ces plans. Les relations d'orientation obtenues étant, rappelons le, intermédiaires entre celles de Greninger-Troiano et celles de Kurdjumov-Sachs. Les premières sont associées à des plans d'accrolement du type $\{3\ 10\ 15\}_\gamma$ alors que les secondes se trouvent vérifiées dans le cas d'accrolement $\{225\}_\gamma$.

de g^T dans le cas où $\frac{c}{a} = 1,05$. Nous avons donc fait varier l'amplitude de g_2 autour de cette valeur avec un pas de 0,025.

a) Détermination du sens du second cisaillement suivant la direction $\langle 01\bar{1} \rangle_\alpha$,

Nous ne pouvons évidemment pas prévoir, par diffraction électronique, le sens du cisaillement de maclage. Nous devons considérer deux cas :

I maclage $(011)_\alpha$, $[0\bar{1}1]_\alpha$,

II maclage $(011)_\alpha$, $[01\bar{1}]_\alpha$,

c'est-à-dire deux maclages sur le même plan, mais dans des sens opposés suivant la direction $\langle 01\bar{1} \rangle_\alpha$. Dans chaque cas nous avons fait varier g_2 de 0 à 0,150 et nous avons étudié l'influence de l'apport de ce second cisaillement sur l'amplitude du premier cisaillement $(112) [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$.

La figure 47 nous montre que dans le cas I l'amplitude critique de cisaillement g_1 est toujours supérieure à celle calculée dans le cas II.

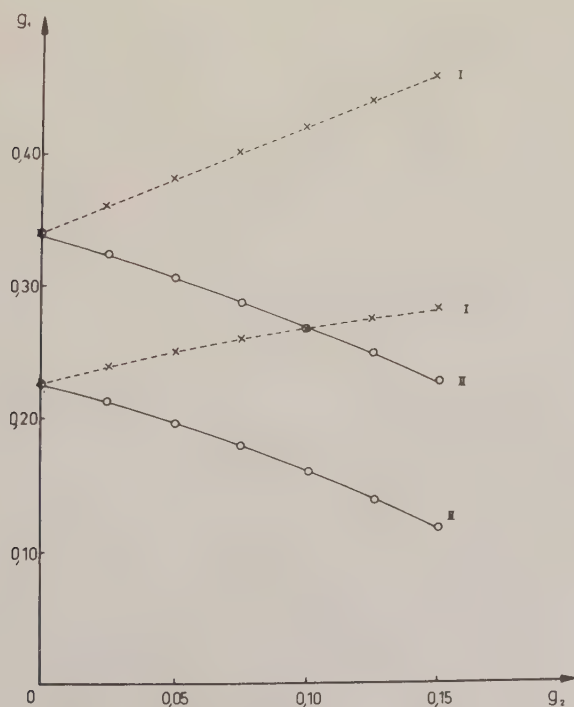
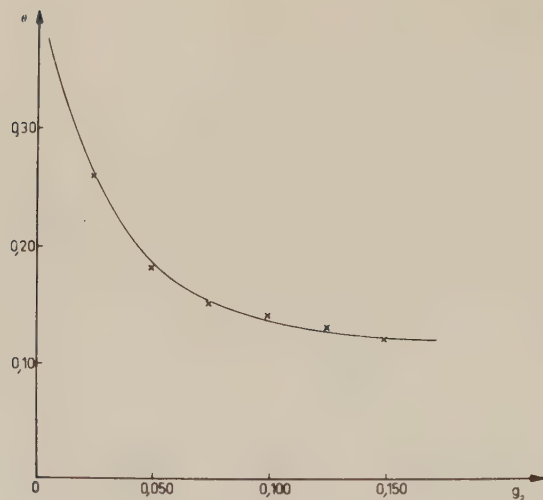


FIGURE 47

Interaction de l'amplitude g_2 sur l'amplitude g_1 .



figure

FIGURE 49

Variation de l'angle θ entre $(111)_{\gamma}$ et $(011)_{\alpha}$,
en fonction de g_2 .

Pour g_2 voisin de 0,050, l'angle entre les directions $[\bar{1}01]_{\gamma}$ et $[\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha}$, est proche de $2^{\circ}30$ valeur identique à celle trouvée expérimentalement. Cette valeur est à mi-chemin entre les relations d'orientation de Kurdjumov-Sachs et celles de Nishiyama-Wasserman. Le passage K.S. $\rightarrow$ N.W. se faisant par une rotation d'ensemble du réseau de la martensite de $5^{\circ}27$ autour de la normale au plan $(011)_{\alpha}$.

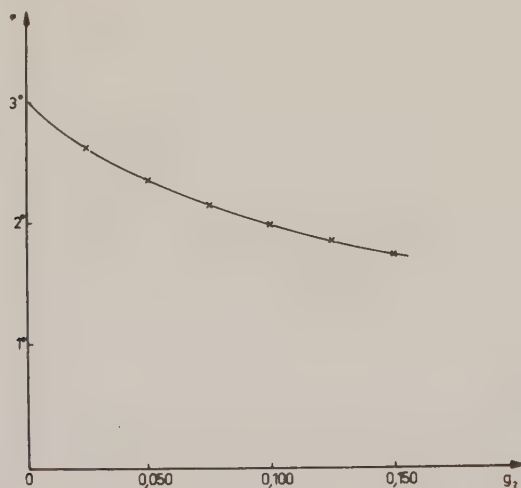


FIGURE 50

Influence de g_2 sur l'angle ϕ entre $[\bar{1}01]_{\gamma}$ et $[\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha}$.

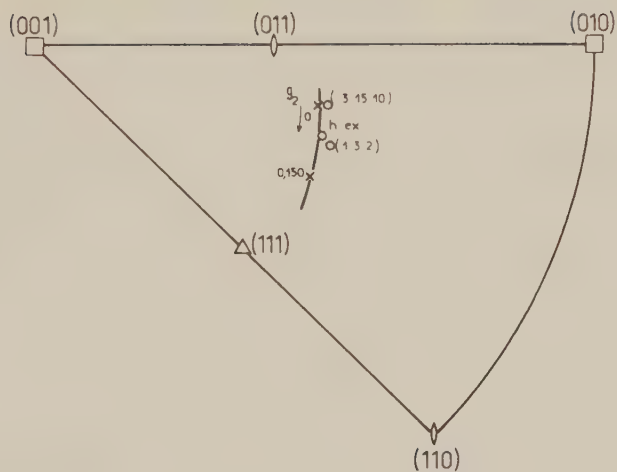


FIGURE 48

Influence des variations de g_2 sur la position du plan d'accrolement.

α - Variation de l'angle entre $(111)_\gamma$ et $(011)_\alpha$,

A partir d'une valeur de g_2 voisine de 0,050 nous voyons sur la figure 49 que le parallélisme est très bien respecté à moins de $0^\circ 20$. Dans le cas d'un maillage $(112)_\alpha$, unique, g_2 étant nul, le parallélisme entre les plans denses est beaucoup moins bien respecté ce qui est en bon accord avec les résultats de Greninger et Troiano.

β - Variation de l'angle entre $[\bar{1}01]_\gamma$ et $[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$,

L'angle entre ces deux directions décroît constamment à partir de la valeur 3° pour $g_2 = 0$ correspondant au cas étudié par Greninger-Troiano.

Le rapport d'axes est directement relié aux distorsions principales car $\frac{c}{a} = \frac{\eta_3 \sqrt{2}}{\eta_1}$. Nous avons par conséquent fait varier les distorsions principales de façon à ce que le rapport d'axes varie dans des limites raisonnables, c'est-à-dire de 1,03 à 1,08. La figure 51 représente les variations de $\frac{c}{a}$ en fonction de η_3 .

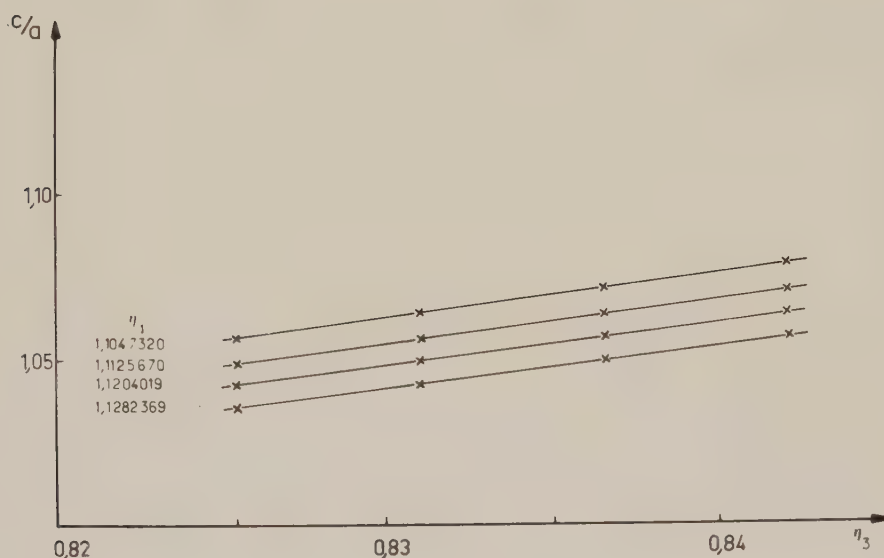


FIGURE 51

Variations du rapport $\frac{c}{a}$ en fonction de η_i calculés sur ordinateur avec $g_2 = 0,050$.

a) Influence sur le plan d'accolement

La zone hachurée de la figure 52 représente le domaine de variation du pôle du plan d'accolement lorsque les distorsions principales varient de 1,1047 à 1,1282 pour η_1 et de 0,8254 à 0,842 pour η_3 . Pour obtenir un plan d'accolement du type (3, 15, 10) $_{\gamma}$ il faudrait prendre une valeur de η_3 très inférieure à 0,82 (approximativement 0,78) et une valeur de η_1 proche de celle que nous utilisons. Ce type de couplage (η_1, η_3) implique, en extrapolant les droites de la figure 51,

4 - Influence des distorsions principales η_1

Les distorsions principales sont directement reliées aux paramètres des phases mère et produit :

$$\eta_1 = \eta_2 = \frac{a_1 \sqrt{2}}{a_0}$$

$$\eta_3 = \frac{c}{a_0}$$

L'étude de leurs influences sur les différents résultats cristallographiques revient donc à étudier l'influence des paramètres des deux phases sur la transformation.

La détermination des paramètres par diffraction des rayons X est une méthode précise qui n'autorise pas aux distorsions de varier dans des limites importantes. Néanmoins, les valeurs des distorsions principales, donnant des résultats cristallographiques cohérents, peuvent souvent être différentes de celles déterminées à partir des mesures des paramètres. Cela tient au fait que généralement les mesures ne sont pas faites à la température de transformation M_s . Il faut en réalité tenir compte de la variation des paramètres au cours du passage température de transformation-température ambiante. A partir de l'étude du profil des raies (002) et (200) de la martensite à différentes températures, Schissler (38) a montré que les variations du rapport d'axes $\frac{c}{a}$ avec la température ne sont pas négligeables (*Tableau II*).

TABLEAU II

°C	- 195	20	420
$\frac{c}{a}$	1,037	1,043	1,081

(par extrapolation)

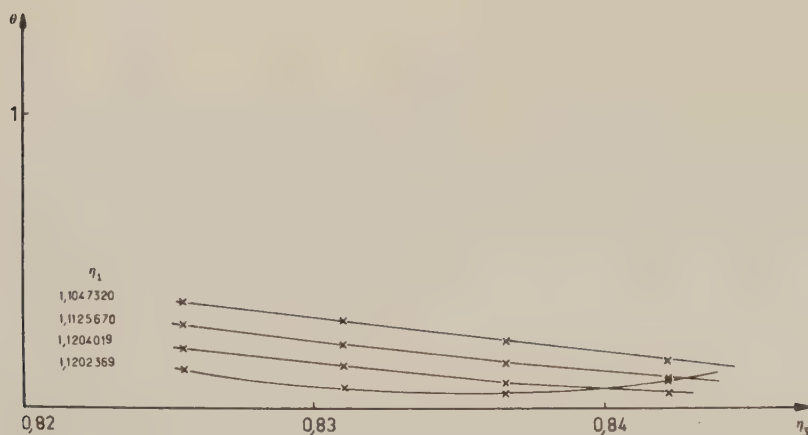


FIGURE 53

Variation de l'angle θ entre les plans $(111)_\gamma$ et $(011)_\alpha$, en fonction de α , avec $g_2 = 0,050$

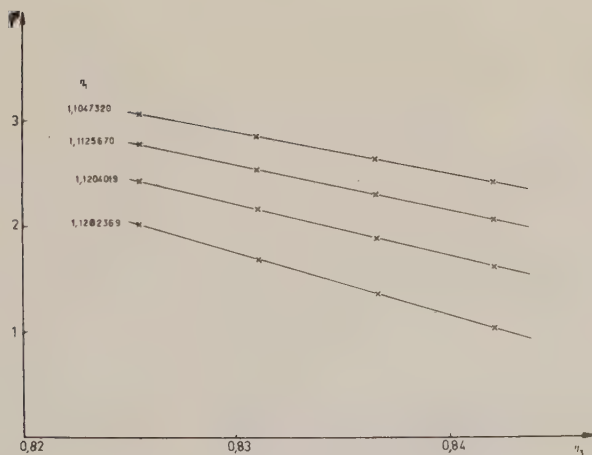


FIGURE 54

Variation de l'angle ψ entre les directions $[101]_\gamma$ et $[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$, en fonction de η_i avec $g_2 = 0,050$.

De la même façon, la seule variation des paramètres entre la température M_s et la température ambiante n'explique pas la formation de martensites dont le plan d'accrolement est du type $\{225\}_\gamma$. Il est là encore nécessaire d'utiliser un autre système de cisaillement à réseau invariant.

Par contre, la variation des distorsions principales rend très bien compte de la dispersion des plans expérimentaux autour des positions moyennes $\{3\ 10\ 15\}_\gamma$, $\{259\}_\gamma$ et $\{225\}_\gamma$. Examinons, par exemple le cas d'une martensite dont le plan d'accrolement est du type $\{225\}_\gamma$ et la température M_s de l'ordre de 200°C . Les premières aiguilles se forment à 200°C avec un rapport d'axes $\frac{c}{a}$ voisin de 1,065. La température s'abaisse au-dessous de M_s et une nouvelle fraction d'austénite se transforme en martensite dont le rapport d'axes sera inférieur à 1,065. La dernière fraction d'austénite, transformée à la température ambiante, donne une martensite

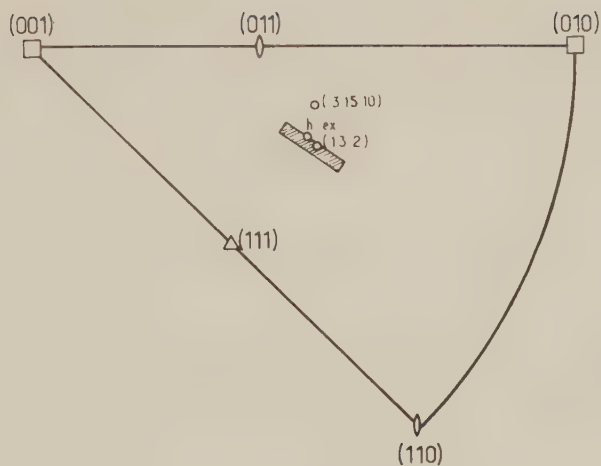


FIGURE 52

Evolution du plan d'accolement en fonction des η_i
avec $g_2 = 0,050$.

que $\frac{c}{a}$ devrait pratiquement être égal à 1. Dans le cas d'une martensite quadratique à basse température M_s , c'est-à-dire à pourcentage d'interstitiel élevé, une valeur de $\frac{c}{a}$ voisine de 1 ne peut en aucun cas être expliquée.

Dans le cas d'une martensite cubique, sans atome interstitiel, le second cisaillement de maillage n'est plus opérant puisque le plan $(011)_\alpha$ est un plan de symétrie.

Il est donc hors de question d'expliquer la formation des martensites à plan d'accolement $\{31015\}_\gamma$ par une variation des distorsions principales mais bien par un mécanisme de cisaillement à réseau invariant différent.

Lorsque $g_2 = 0,200$, les plans d'accolement calculé et expérimental sont très voisins mais l'angle entre les plans denses, dans les deux phases, est très supérieur aux valeurs données habituellement.

Dans le cas où $g_2 = 0,300$, le plan d'accolement déterminé analytiquement est très différent du plan expérimental. Une erreur de 6° n'est d'autre part pas acceptable dans la détermination expérimentale du plan d'accolement par analyse de ses traces sur différents plans de coupe.

TABLEAU III

Amplitude g_2 du cisaillement $(112)_{\alpha'}$	0,200	0,300
Amplitude g_1 calculée pour le cisaillement $(011)_{\alpha'}$	0,041	0,054
Angle entre le plan d'accolement calculé et le plan d'accolement expérimental	$2^\circ 01$	$6^\circ 14$
Angle entre $(011)_{\alpha'}$ et $(111)_{\gamma}$	$1^\circ 99$	$0^\circ 08$
Angle entre les directions $[\bar{1}01]_{\gamma}$ et $[\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha'}$	$3^\circ 59$	2°

6 - Etude géométrique des ellipsoïdes de déformation

L'une des particularités du programme de calcul sur ordinateur est le tracé des intersections des ellipsoïdes de Bain et de double cisaillement avec différents plans perpendiculaires à l'axe de révolution O_z de l'ellipsoïde de Bain.

dont le rapport d'axes $\frac{c}{a}$ est proche de 1,04. Nous aurons donc ainsi la formation de toute une gamme d'aiguilles de martensite qui semblent cristallographiquement identiques mais dont les normales aux plans d'accolement sont dispersées dans un cône de demi-angle au sommet égal à 4 ou 5°. Cette dispersion est l'image des différentes températures auxquelles se sont formées les aiguilles de martensite.

b) Influence sur les relations d'orientation

Les figures 53 et 54 nous montrent que le parallélisme entre les plans denses et entre les directions $[\bar{1}01]_{\gamma}$ et $[\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha}$, est d'autant meilleur que les distorsions principales augmentent sans toutefois arriver au parallélisme rigoureux entre les directions comme prévu par les relations d'orientation de Kurdjumov-Sachs. Mais ce fait est tout à fait normal car les relations K.S. ne sont bien vérifiées que pour des martensites dont le plan d'accolement est du type $\{225\}_{\gamma}$ obtenues, comme nous venons de le suggérer, avec un autre type de cisaillement à réseau invariant.

5 - Influence de l'ordre des deux cisaillements

Dans tout ce qui précède, nous avons considéré que l'ordre des cisaillements de maillage était celui que nous avons déterminé expérimentalement : le maillage $(112)_{\alpha}$, est suivi du maillage $(011)_{\alpha}$. Il est évidemment très intéressant d'étudier analytiquement l'influence d'un ordre inverse : le maillage $(011)_{\alpha}$, précéderait alors le maillage $(112)_{\alpha}$.

Nous avons, pour cette étude, fait varier l'amplitude g_2 du cisaillement de maillage $(112)_{\alpha}$, de 0 à 0,300 afin de rester dans les limites des valeurs calculées précédemment.

Les résultats, rassemblés dans le tableau III, montrent que dans deux cas nous obtenons un plan d'accolement voisin du plan expérimental.

L'ellipsoïde de double cisaillement n'admet pas d'axe de révolution et son volume est identique à celui de la sphère dont il est issu. Cela confirme le fait que le maillage n'apporte pas de variation volumique.

7 - Comparaison avec les résultats expérimentaux

Les différents résultats cristallographiques calculés sont comparés dans le tableau IV aux éléments que nous avons pu déterminer expérimentalement.

TABLEAU IV

	Résultats théoriques	Résultats expérimentaux
F	$\begin{pmatrix} 0,993176 - 0,021089 - 0,015082 \\ 0,039009 \quad 1,120560 \quad 0,086222 \\ - 0,036150 - 1,111725 \quad 0,920095 \end{pmatrix}$	non déterminée
$\vec{h}$	$(0,25451 ; 0,78660 ; 0,56256)$ $(75^\circ 25 ; 38^\circ 13 ; 55^\circ 76)$	$(0,2555 ; 0,7936 ; 0,5521)$ $(75^\circ 20 ; 37^\circ 50 ; 56^\circ 30)$
$\vec{d}$	$(- 0,12726 ; 0,72750 ; - 0,67419)$	non déterminée
μ	0,21067	comprise entre 0,16 et 0,22
g_1	0,247511	non déterminée
g_2	0,0470	non déterminée
ΔV	1,0344	1,03
RB	$\begin{pmatrix} 1,108233 - 0,030809 \quad 0,099974 \\ 0,022166 \quad 1,109560 \quad 0,069379 \\ - 0,133779 - 0,091012 \quad 0,822467 \end{pmatrix}$	non déterminée
θ	$0^\circ 19$	voisin 0°
ψ	$2^\circ 04$	compris entre 1° et 2°

Géométriquement, ces deux ellipsoïdes représentent ce qu'il advient d'une sphère de rayon unitaire lorsqu'elle subit d'une part, la déformation homogène de Bain, et d'autre part le double cisaillement de maillage.

Ces ellipsoïdes admettent un centre de symétrie à l'origine O du trièdre de référence. Nous n'avons donc étudié que des coupes de cote z positive dont certaines sont représentées sur la figure 55.

L'ellipsoïde de Bain étant de révolution autour de l'axe O_z , toutes ses intersections avec des plans perpendiculaires à cet axe seront des cercles. Son volume est pratiquement égal à 1,04 fois le volume de la sphère initiale puisque la seule variation volumique intervenant dans la transformation, provient de la déformation de Bain.

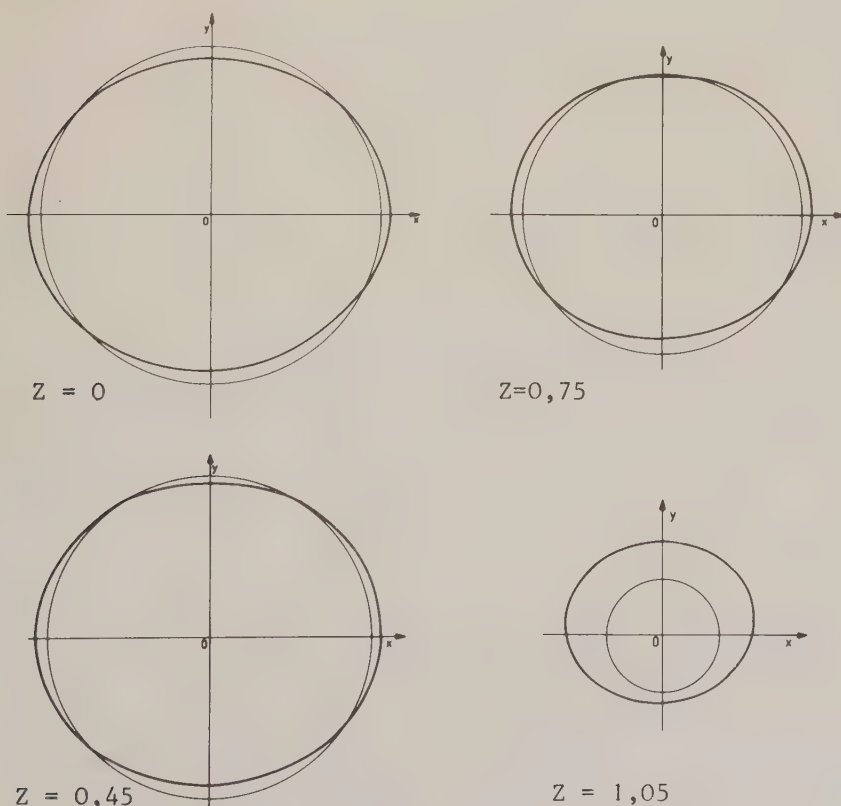


FIGURE 55

Etude de la géométrie de l'intersection des ellipsoïdes avec des plans de cote z . Calculs effectués avec $g_1 = 0,050$.

Il nous faut donc trouver une relation entre g_1^A et g_1^M et entre g_2^A et g_2^M afin de comparer g_1^M à g_1^T et g_2^M à g_2^T . La résolution de ce problème est basée sur le fait que la déformation totale s'écrit $F = RBS_1^A S_2^A$ si le double cisaillement s'effectue dans la phase mère alors qu'elle s'écrit $F = R S_2^M S_1^M B$ si elle a lieu dans le produit martensite.

En fait, ces deux écritures, différentes au point de vue mathématique, sont identiques physiquement. Elles représentent la même transformation : même phase initiale, même phase produit. Il suffit donc de calculer les matrices $S_2^M S_1^M B$ et $BS_2^A S_1^A$ et d'identifier les termes de même ordre.

Calcul de la matrice $S_2^M S_1^M B$

Les éléments des cisaillements S_1 et S_2 intervenant dans l'austénite étaient :

- pour le premier cisaillement :

$$l_A^1 = [\bar{1}01]$$

$$m_A^1 = (101)$$

- pour le second cisaillement

$$l_A^2 = [11\bar{2}]$$

$$m_A^2 = (111)$$

Si les cisaillements ont lieu après la déformation de Bain, c'est-à-dire dans la martensite

$$l_M^1 = B l_A^1 \quad l_M^1 = [0,633780 ; 0 ; 0,850933]$$

$$m_M^1 = m_A^1 B^{-1} \quad m_M^1 = (0,597331 ; 0 ; 0,801995)$$

$$l_M^2 = B l_A^2 \quad l_M^2 = [0,524840 ; 0,524840 ; -0,670137]$$

$$m_M^2 = m_A^2 B^{-1} \quad m_M^2 = (0,512810 ; 0,512810 ; 0,512810)$$

a) Séquence des cisaillements

Nous avons montré que nous pouvons déterminer expérimentalement non seulement les plans de cisaillement de maclage mais aussi l'ordre de ces deux cisaillements. Le calcul matriciel confirme qu'un ordre inverse ne donne aucun résultat cristallographique comparable aux données expérimentales.

La martensite dans notre alliage se forme donc par un processus impliquant un maclage $(112)_{\alpha}$, $[\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha}$, suivi par un maclage $(011)[01\bar{1}]_{\alpha}$.

Dans le cas où l'un des cisaillements est un glissement, le problème est beaucoup plus délicat. Bien que le glissement laisse des traces sous la forme de dislocations, on ne peut par microscopie électronique déterminer le plan sur lequel s'est effectué le glissement. Il faut alors considérer tous les systèmes de glissement possibles dans la martensite et comparer les résultats analytiques aux résultats expérimentaux. S'il apparaît une bonne concordance pour un système donné, il est raisonnable de penser qu'il a effectivement participé à la transformation. Mais aucune preuve expérimentale ne peut permettre de l'affirmer.

b) Amplitude des cisaillements. Relation entre l'amplitude et la fraction de cristal maclé.

L'amplitude critique du premier cisaillement, déterminée analytiquement, est $g_1 = 0,247934$. La valeur de l'amplitude du second cisaillement donnant la meilleure concordance est $g_2 = 0,0480$. Mais ces amplitudes sont relatives à la phase mère austénitique et non à la martensite dans laquelle les cisaillements ont lieu effectivement. Il est intéressant de calculer ces amplitudes dans la phase produit afin de pouvoir les comparer aux amplitudes de maclage calculées au chapitre III.

Nous appellerons g_1^A et g_2^A les amplitudes calculées dans la phase mère, g_1^M et g_2^M les amplitudes calculées dans la martensite et enfin g_1^T et g_2^T les amplitudes calculées dans le cas du maclage de la martensite étudié au chapitre III.

En comparant les différents termes des deux matrices, nous obtenons immédiatement

$$\begin{aligned} g_2^M &= 0,876 g_2^A \\ g_1^M &= 1,044 g_1^A \end{aligned}$$

Le calcul nous a donné $g_1^A = 0,247934$

$$g_2^A = 0,0480$$

donc

$$g_1^M = 1,044 \times 0,247934 = 0,258843$$

$$g_2^M = 0,876 \times 0,0480 = 0,042048$$

La matrice de cisaillement S_1^M peut se mettre sous la forme $S_1^M = (1 - x_1)I + x_1 S_1^T$ où x_1 représente la fraction de cristal maclé et S_1^T la matrice de maillage.

$$S_1^M = \begin{pmatrix} 1 & g_1^M & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad S_1^T = \begin{pmatrix} 1 & g_1^T & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

Nous obtenons ainsi $g_1^M = g_1^T x_1$. De la même façon $g_2^M = g_2^T x_2$. Ces deux relations vont nous permettre de déterminer la fraction de cristal maclé.

Lors de l'étude géométrique des différents systèmes de maillage du système quadratique, nous avons déterminé les amplitudes des différents cisaillements de maillage g^T .

Dans le cas du maillage $(112)_\alpha$, $[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$,

$$g^T = \frac{2 - \gamma^2}{\gamma\sqrt{2}} \quad \text{où} \quad \gamma = \frac{c}{a}$$

La matrice S_2^M est une matrice de cisaillement qui s'écrit sous la forme $S_2^M = \{I + g_2^M l_2^{2,1}\}$ avec les éléments calculés précédemment, nous obtenons :

$$S_2^M = \begin{pmatrix} 1 + 0,269143 g_2^M & 0,269143 g_2^M & 0,361360 g_2^M \\ 0,269143 g_2^M & 1 + 0,269143 g_2^M & 0,361360 g_2^M \\ -0,343653 g_2^M & -0,343653 g_2^M & 1 - 0,461399 g_2^M \end{pmatrix} \text{ de la même façon}$$

$$S_1^M = \begin{pmatrix} 1 - 0,479052 g_1^M & 0 & -0,643180 g_1^M \\ 0 & 1 & 0 \\ 0,356810 g_1^M & 0 & 1 + 0,479052 g_1^M \end{pmatrix}$$

La matrice représentant la déformation de Bain étant

$$B = \begin{pmatrix} 1,1157 & 0 & 0 \\ 0 & 1,1157 & 0 \\ 0 & 0 & 0,8310 \end{pmatrix}$$

Finalement, nous obtenons :

$$S_2^{M,M} S_1^M B = \begin{pmatrix} (1,1157 - 0,534478 g_1^M + 0,300283 g_2^M) & (0,300283 g_2^M) & -0,534483 g_1^M + 0,300283 g_2^M \\ 0,300283 g_2^M & 1,1157 + 0,0300283 g_2^M & 0,300283 g_2^M \\ 0,398093 g_1^M - 0,383414 g_2^M & -383414 g_2^M & 0,8310 + 0,398093 g_1^M - 0,383414 g_2^M \end{pmatrix}$$

Calcul de la matrice $BS_2^{A,A}$

$$BS_2^{A,A} = \begin{pmatrix} 1,1157 - 0,557850 g_1^A + 0,262973 g_2^A & 0,262973 g_2^A & -0,557850 g_1^A + 0,262973 g_2^A \\ 0,262973 g_2^A & 1,1157 + 0,262873 g_2^A & 0,262973 g_2^A \\ 0,415500 g_1^A - 0,335775 g_2^A & -0,335775 g_2^A & 0,8310 + 0,415500 g_1^A - 0,335775 g_2^A \end{pmatrix}$$

CHAPITRE V

ETUDE DE LA MARTENSITE DANS UN ALLIAGE Fe 1,1 %C - 3,9 % Si.

I.- CHOIX DE L'ALLIAGE

L'étude de la formation de la bainite dans des alliages Fe-Si-C a permis à J.M. Schissler (68) de mettre en évidence une transformation s'effectuant en deux étapes bien distinctes. Dans un premier temps, l'austénite est stabilisée par un enrichissement en carbone associé au développement de cellules ferritiques. L'inhibition provisoire de la précipitation des carbures est due à la présence d'un taux élevé de silicium. La seconde étape consiste en une précipitation des carbures.

Au terme de la première étape, l'analyse radiocristallographique dont l'enregistrement est représenté sur *la figure 56* montre la présence simultanée de deux phases : ferrite et austénite.

La détermination du paramètre cristallin de l'austénite permet de déterminer le taux de carbone en insertion dans la maille ; il est voisin de 2,1 % en poids. La spectrométrie Mössbauer (69) confirme cette valeur.

L'étude de la transformation martensitique de l'austénite enrichie nous a semblé intéressante pour deux raisons :

Si $\gamma = 1,05$ $g_1^T = 0,604$

Dans le cas du maillage $(011)_\alpha$, $[01\bar{1}]_\alpha$,

$$g^T = \frac{\gamma^2 - 1}{\gamma}$$

où $\gamma = 1,05$ $g_2^T = 0,0976$

La fraction x_1 de cristal maclé suivant $(112)_\alpha$, $[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$, est

$$x_1 = \frac{g_1^M}{g_1^T} = \frac{0,259}{0,604} = 0,4288 \approx 0,43$$

La fraction x_2 de cristal maclé suivant $(011)_\alpha$, $[01\bar{1}]_\alpha$, est

$$x_2 = \frac{g_2^M}{g_2^T} = \frac{0,04205}{0,0976} = 0,4308 \approx 0,43$$

Le maillage $(011)_\alpha$, affecte donc la même fraction de cristal que le maillage $(112)_\alpha$. Nous voyons ainsi confirmées les deux observations principales faites en microscopie électronique :

- présence sur les micrographies d'une sous-structure de maillage complexe dans la zone proche du midrib des aiguilles de marten-site. Les macles primaires sont elles-mêmes maclées
- apparition sur les clichés de microdiffraction de taches supplémentaires toujours liées à la présence des taches correspondant au maillage $(112)_\alpha$,

maintien isotherme est interrompu après 55 minutes par trempe dans l'eau salée à -5°C . L'alliage contient alors 40 % de ferrite et 60 % d'austénite sursaturée. Cette structure est représentée sur la figure 57.

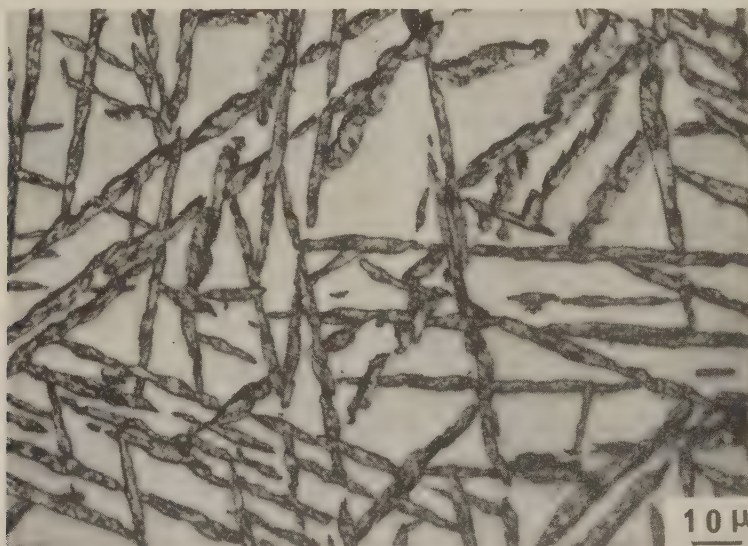


FIGURE 57

Micrographie de l'alliage après maintien de 55 minutes à 420°C . La ferrite est grise tandis que l'austénite enrichie apparaît plus claire.

II - DETERMINATION DE LA TEMPERATURE M_s DE L'AUSTENITE ENRICHIÉ

Nous avons déterminé la température M_s de début de transformation martensitique à l'aide du dilatomètre différentiel mis au point dans notre laboratoire par B. Mignot (70).

Bien que l'expansion consécutive à la transformation soit de faible amplitude, nous pouvons fixer M_s à -130°C . L'enregistrement dilatométrique

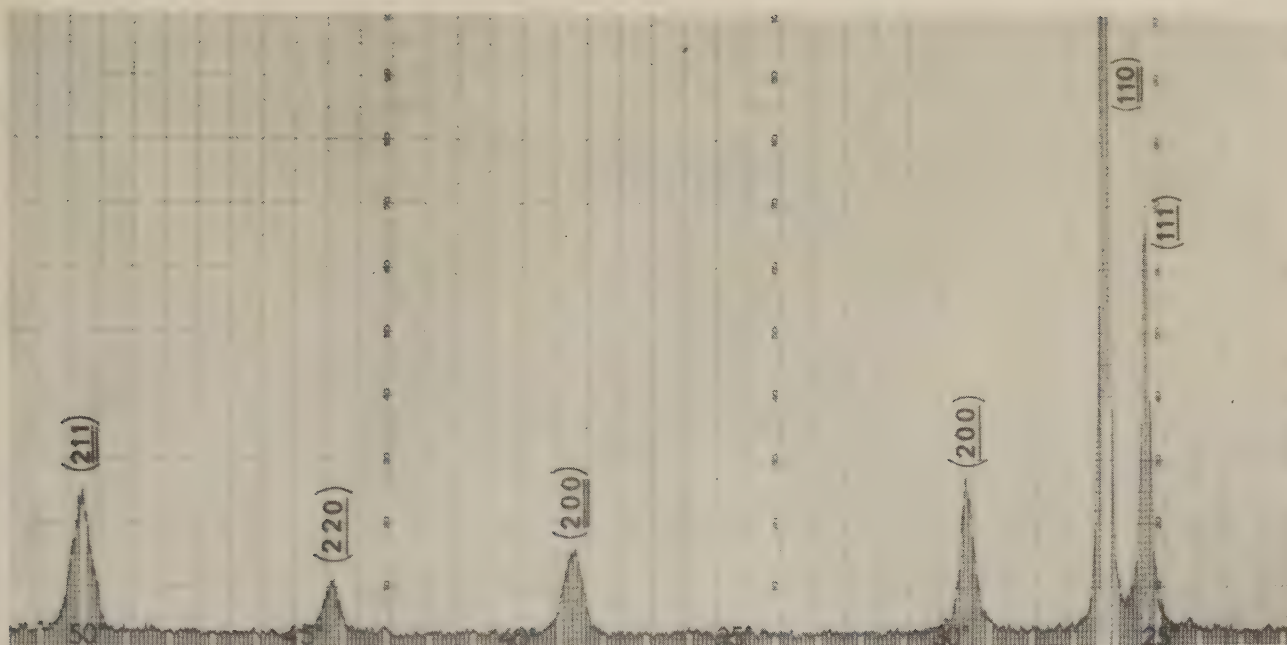


FIGURE 56

*Diffractogramme effectué sur l'alliage Fe-Si-C
ayant subi un maintien de 55 minutes à 420°C.*

$\overline{hkl}$ austénite

$\overline{hkl}$ ferrite

- elle est inédite car, compte tenu du taux élevé de silicium, l'austénite de haute température est saturée pour une teneur de 1,15 % de carbone. Il est impossible d'obtenir une telle sursaturation par un traitement thermique autre que celui que nous avons utilisé.
- la température M_s de début de transformation se situe très en-dessous de la température ambiante. Nous pourrions ainsi comparer la transformation martensitique dans cet alliage à celle d'alliages Fe-Ni-C ayant une même température M_s .

L'alliage Fe-Si-C utilisé contient 1,10 % de carbone et 3,9 % de silicium. L'austénitisation est effectuée par maintien de 30 minutes à 1130°C sous vide. L'échantillon est alors trempé à 420°C dans un bain de plomb. Le

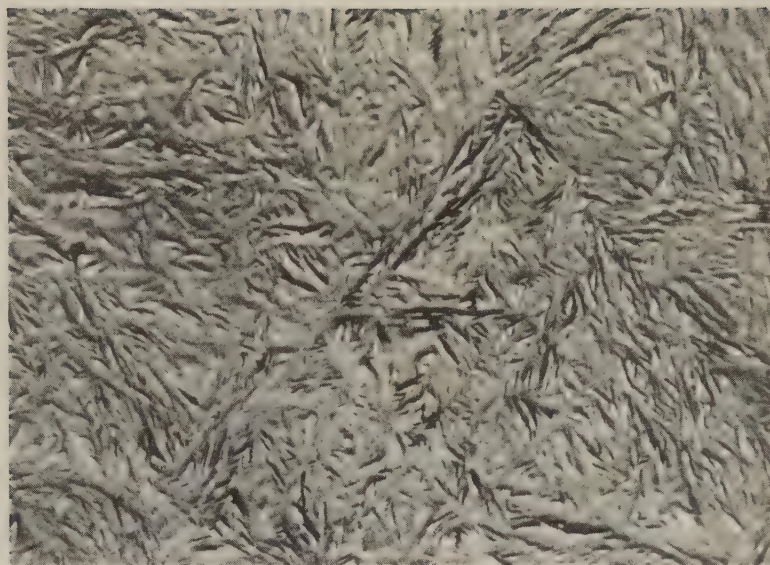


FIGURE 59

Micrographie en contraste interférentiel de la martensite montrant l'effet de relief consécutif à la transformation. (G x 300)

Du fait que la martensite s'est formée dans des plages d'austénite de faible surface, les aiguilles sont fines, peu développées et nombreuses.

2 - Diffraction des rayons X

Le diffractogramme représenté sur la figure 60 montre la présence simultanée d'austénite, de martensite et de ferrite. Les réflexions de la martensite apparaissent sur le flanc des raies de la ferrite ; elles sont peu intenses.

Cet enregistrement nous permet de déterminer les paramètres des différentes phases en présence :

$$\begin{array}{ll}
 \text{austénite} & a_0 = 3,65_2 \text{ \AA} \\
 \text{martensite} & a = 2,83_8 \text{ \AA} \\
 & c = 3,12_2 \text{ \AA} \\
 \text{ferrite} & a = 2,86_7 \text{ \AA}
 \end{array}
 \left. \vphantom{\begin{array}{l} a_0 \\ a \\ c \\ a \end{array}} \right\} \frac{c}{a} = 1,10$$

est représenté sur la figure 58.

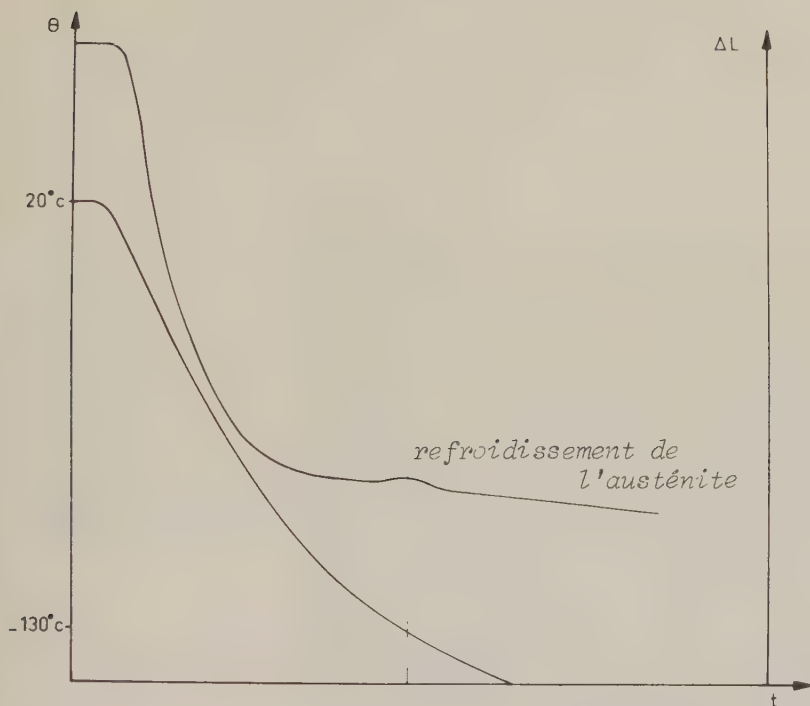


FIGURE 58

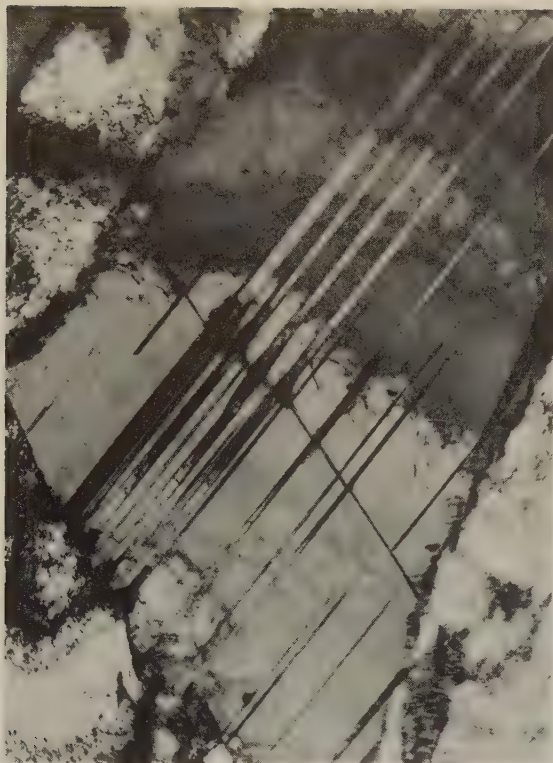
Enregistrement dilatométrique effectué au cours de la trempe depuis 20°C jusqu'à la température de l'azote liquide.

La courbe de refroidissement de l'austénite ne montre aucune anomalie entre la température ambiante et M_s : la transformation martensitique n'est perturbée par aucune transformation antérieure de l'austénite.

III - ETUDE DE LA MARTENSITE

1 - Micrographie optique

Sur la micrographie représentée sur la figure 59, nous observons, en contraste interférentiel, l'effet de relief consécutif à la transformation martensitique de l'austénite enrichie. L'échantillon, poli au diamant $\frac{1}{4} \mu$, est trempé dans l'azote liquide ce qui explique la quantité importante de martensite formée.



a



b

FIGURE 61

Aspect de l'austénite non transformée ($G \times 40000$). Présence de micromacles dont le cliché de microdiffraction est représenté sur la figure 61 b.

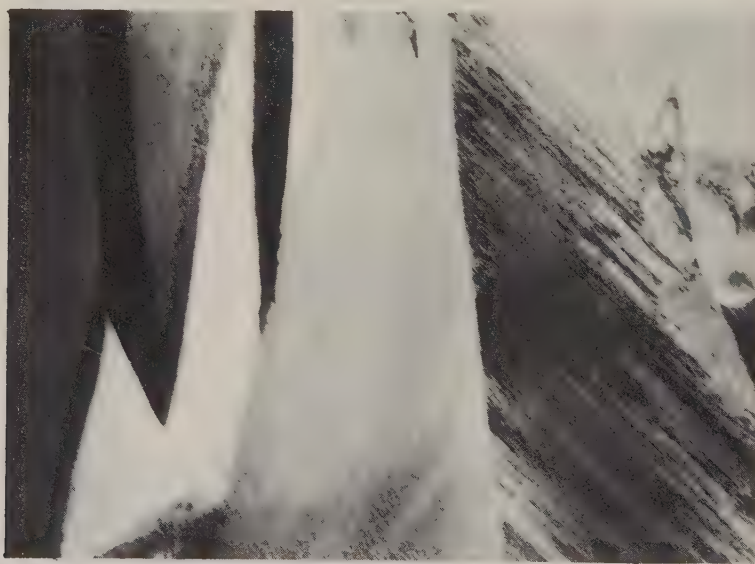


FIGURE 62

Structure fine de la martensite. Les macles sont différemment contrastées de part et d'autre du midrib. $G \times 60000$.

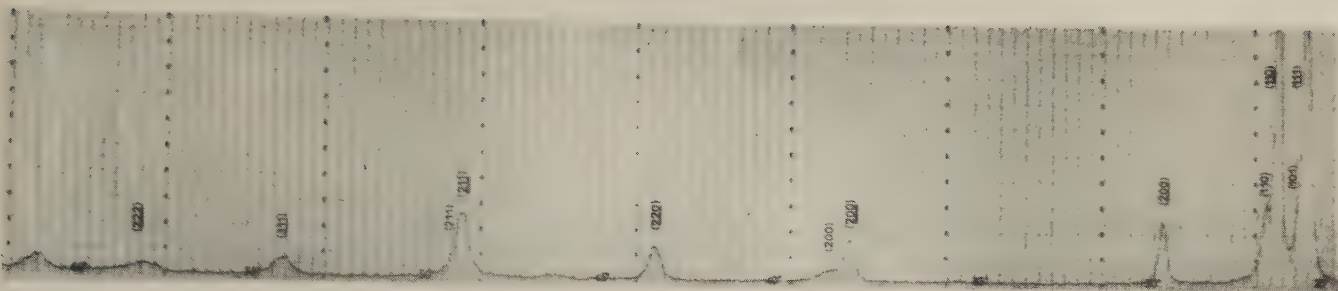


FIGURE 60

Diffractogramme obtenu sur l'alliage Fe-Si-C après trempe dans l'azote liquide

hkl austénite

hkl ferrite

hkl martensite

3 - Etude par microscopie électronique et microdiffraction des électrons

a) Morphologie des différentes phases

L'austénite non transformée présente de nombreux défauts : dislocations et défauts plans $\{111\}_\gamma$. Cette microstructure de l'austénite est illustrée par la figure 61. Le cliché de microdiffraction (figure 61 b) de cette zone montre que les défauts plans sont des macles.

La martensite a un aspect différent de celui de la martensite de l'alliage fer-carbone-nickel. La figure 62 représente une aiguille de martensite. A droite du "midrib" les micromacles sont bien contrastées. Elles s'étendent du centre jusqu'au bord de l'aiguille. Le midrib est bien rectiligne. Cet aspect des micromacles est typique de la martensite formée dans des alliages dont la température M_s se situe au voisinage de celle de l'azote liquide.

TABLEAU V

γ .	α' .	Valeurs ($^{\circ}$)
$[\bar{1}01]$	$[\bar{1}\bar{1}1]$	0
(111)	(011)	0
(101)	(112)	5.5
(1 $\bar{1}$ 1)	(101)	7.5
(1 $\bar{3}$ 1)	(2 $\bar{1}$ 1)	7.5
(0 $\bar{1}$ 0)	(1 $\bar{1}$ 0)	3
$[\bar{1}\bar{1}2]$	$[0\bar{1}1]$	0
(1 $\bar{1}$ 0)	(100)	0
(3 $\bar{1}$ 1)	(211)	5
(111)	(011)	0
(1 $\bar{3}$ 1)	(2 $\bar{1}$ 1)	4
$[\bar{1}03]$	$[\bar{1}\bar{1}3]$	0
(010)	(1 $\bar{1}$ 0)	4.2
(3 $\bar{3}$ 1)	(301)	5
(3 $\bar{1}$ 1)	(211)	8.5
(311)	(121)	4.5
$[\bar{1}\bar{2}3]$	$[\bar{1}\bar{3}3]$	0
(2 $\bar{1}$ 0)	(310)	1.5
(5 $\bar{1}$ 1)	(321)	4.7
(111)	(011)	0
($\bar{3}$ 31)	($\bar{3}$ 01)	1.2

b) Détermination des relations d'orientation

Le cliché de microdiffraction électronique représenté sur la figure 63 est un exemple des clichés utilisés pour déterminer les relations d'orientation entre l'austénite sursaturée et la martensite qui en est issue.



FIGURE 63

Cliché de microdiffraction électronique typique d'une plage martensite-austénite

$$[\bar{1}01]_{\gamma} // [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha'}$$

hkl : austénite

hkl : martensite

Les valeurs expérimentales des angles faits par différents plans réticulaires de la martensite α' et de l'austénite γ sont représentées dans le tableau V.

Les relations expérimentales sont très voisines de celles mises en évidence par Greninger et Troiano (13) dans un alliage fer-nickel-carbone transformé à -80°C .



a



b

FIGURE 64

Etude de la structure interne ($G \times 60000$) d'une aiguille de martensite dont le plan de macles est parallèle au faisceau d'électrons.

Le couple micrographie-microdiffraction de la figure 65 est un autre exemple de l'étude de la structure interne des aiguilles. La zone diffractante est située juste au-dessus du "beam-stop". Là encore, les taches de diffraction dues au maillage et les points fondamentaux sont bien nets.

Il apparaît donc que la structure interne des aiguilles de martensite formées à basse température avec un plan d'accrolement $\{3, 15, 10\}_\gamma$ est moins complexe que dans le cas des aiguilles formées à la température ambiante et ayant un plan d'accrolement $\{132\}_\gamma$. Le maillage $\{112\}_\alpha$, semble être le seul mode de cisaillement à réseau invariant à basse température.

c) Plan d'accrolement entre l'austénite sursaturée et la martensite

La détermination du plan d'accrolement a été faite à partir de l'étude de ses traces sur les différents plans de coupe. Les aiguilles de martensite étant très fines, nous n'avons pas remarqué d'écart angulaire important entre les directions apparentes de l'interface réel et celle du mirdib ; néanmoins, c'est ce dernier que nous avons utilisé pour déterminer le plan d'accrolement. Nous avons obtenu 21 pôles possibles qui sont tous situés à l'intérieur d'un cône de demi-angle égal à 2 degrés. Le plan d'accrolement est donné par :

$$\vec{h} = (0,1738 ; 0,8501 ; 0,4971)_{\gamma}$$

Il se trouve à 2°5 du plan $(3, 15, 10)_{\gamma}$ habituellement observé dans les martensites à basse température M_s .

d) Etude de la structure interne des aiguilles

Les aiguilles sont totalement maclées suivant un plan $\{112\}_{\alpha'}$. Les macles sont extrêmement fines. Leur épaisseur varie entre 100 et 200 Å.

Le cliché de microdiffraction représenté sur la figure 64 a est typique d'une structure maclée. Les taches de diffraction ne sont ni allongées ni dédoublées. Des "streaks" apparaissent, joignant les points fondamentaux aux points de maclage. Ils sont perpendiculaires aux défauts. La micrographie correspondante est représentée sur la figure 64 b. Le mirdib est bien individualisé et les macles s'étendent sur toute la largeur de l'aiguille.

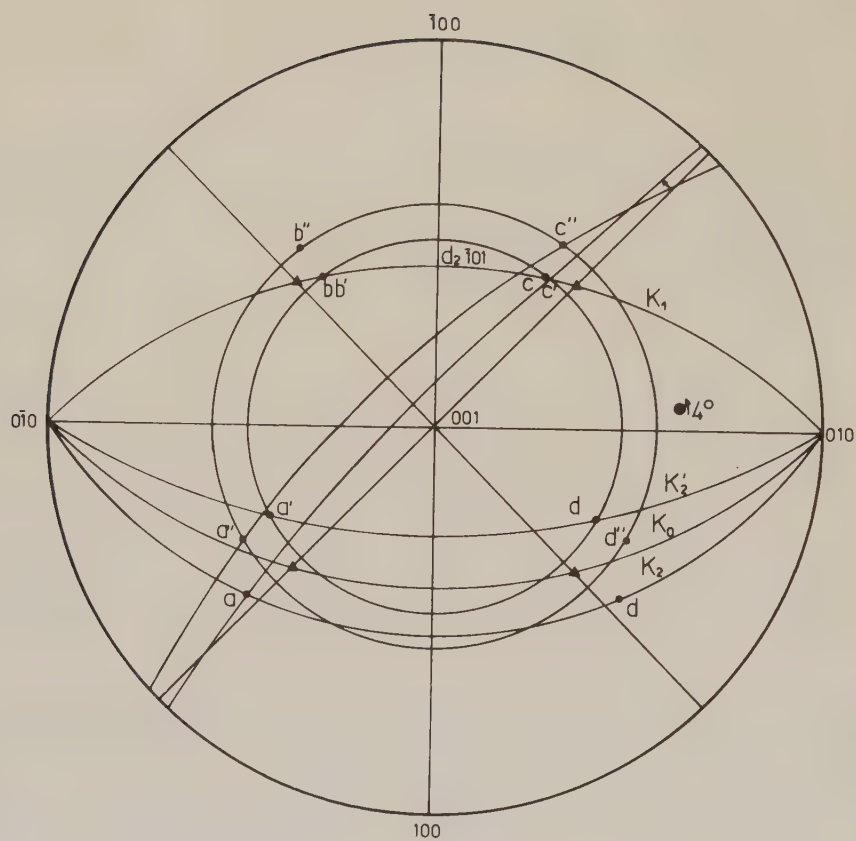


FIGURE 66

Etude par projection stéréographique de la transformation martensitique dans l'alliage Fe-C-Si.



FIGURE 65

Sur ce couple micrographie ($G \times 20000$) microdiffraction, les macles ne sont pas parallèles au faisceau d'électrons. Cela est confirmé par l'absence de "streaks".

IV - ETUDE ANALYTIQUE DE LA TRANSFORMATION

1 - Etude stéréographique

Dans le cas simple d'un seul cisaillement de maillage ou de glissement, l'analyse graphique de la transformation par projection stéréographique est possible. Cette étude fut décrite par Bowles-Mackenzie (18) et Liebermann (66).

Le lieu des vecteurs dont le module est invariant durant la transformation de Bain est un ensemble de deux cônes de section circulaire :

- le cône B_i représente leurs positions initiales. Il est défini par la tangente du demi-angle au sommet :

$$\tan \phi_i = \left(\frac{1 - \eta_3^2}{\eta_1^2 - 1} \right)^{1/2}$$

Nous avons représenté sur la figure 66 les traces des plans K_0 , K_1 , K_2 et K'_2 . Le plan K_0 est perpendiculaire à K_1 qui est le plan de cisaillement. Le lieu des vecteurs dont le module est invariant dans le cisaillement complémentaire est l'ensemble des deux plans K_2 et K'_2 :

- le plan K_2 représente leurs positions initiales. Il fait un angle α avec le plan K_0
- le plan K'_2 représente leurs positions finales. Il fait un angle α avec le plan K_0 .

Les vecteurs $\vec{a}$, $\vec{b}$, $\vec{c}$, $\vec{d}$ sont transformés en $\vec{a}'$, $\vec{b}'$, $\vec{c}'$ et $\vec{d}'$ par le cisaillement à réseau invariant puis en $\vec{a}''$, $\vec{b}''$, $\vec{c}''$ et $\vec{d}''$ par la déformation de réseau. Nous déterminons ainsi quatre vecteurs dont le module est invariant dans la transformation représentée par la matrice BP. Deux de ces vecteurs définiront un plan d'accolement si l'angle qu'ils font est lui aussi inchangé dans la transformation BP.

Le plan d'accolement défini par $\vec{a}$ et $\vec{b}$ satisfait aux deux conditions précédentes. Il subit néanmoins une rotation. Le théorème d'Euler permet de déterminer l'axe et l'angle de la rotation R qui ramène le plan $(\vec{a}'', \vec{c}'')$ dans sa position initiale $(\vec{a}, \vec{c})$.

Nous avons ainsi déterminé les transformations R , B et P qui définissent la transformation totale à plan invariant.

Bien que moins précise que l'analyse matricielle, cette méthode permet une étude rapide des différents mouvements intervenant dans la formation d'une plaquette de martensite. Elle est d'autre part très utile dans sa version inverse utilisée par Liebermann (66) pour définir les éléments du cisaillement à réseau invariant. Dans le cas où la martensite est glissée intérieurement, il est alors possible de définir les éléments de glissement.

- le cône B_f représente leurs positions finales, il est défini par la tangente du demi-angle au sommet :

$$\tan \Phi_f = \frac{\eta_1}{\eta_3} \tan \Phi_i$$

Les projections stéréographiques des cônes B_i et B_f sont représentées sur la figure 66.

La valeur critique de l'amplitude de cisaillement qui impose à l'une des valeurs propres de la matrice BP d'être unitaire est calculée en utilisant la formule proposée par Wechsler (71).

$$g = \frac{\eta_1^2 - 1}{A} [u_3 v_3 (\eta_1^2 - \eta_3^2) + \delta H^{1/2}]$$

où

$$A = (\eta_1^2 - \eta_3^2) (u_3^2 + v_3^2 \eta_1^2) - \eta_1^2 (1 - \eta_3^2)$$

$$H = [\eta_1^2 (1 - \eta_3^2) - (\eta_1^2 - \eta_3^2) u_3^2] [(1 - \eta_3^2) - (\eta_1^2 - \eta_3^2) v_3^2]$$

où $u_1 u_2 u_3$ représentent les cosinus directeurs de la direction de cisaillement dans la phase mère.

$v_1 v_2 v_3$ représentent les cosinus directeurs du plan de cisaillement dans la phase mère

δ prend la valeur ± 1

L'amplitude critique du cisaillement est reliée à l'angle de cisaillement α par $g = 2 \tan \alpha$.

Nous obtenons deux valeurs de l'amplitude critique

$$g_1 = 0,3441$$

$$g_2 = 0,2263$$

auxquelles correspondent deux angles critiques

$$\alpha_1 = 9^\circ 80$$

$$\alpha_2 = 6^\circ 50$$

En résumé, nous voyons qu'il y a très bon accord entre les résultats expérimentaux et théoriques. Il en est toujours ainsi pour une martensite $\{3, 15, 10\}_\gamma$ formée à basse température. Ce plan d'accolement et les données cristallographiques qui y sont associées ont été déterminés avec précision pour la première fois par Greninger-Troiano (12) (13). Le cisaillement de maillage $(112)_\alpha$, $[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$, explique bien tous les éléments de la transformation $\{3, 10, 15\}_\gamma$ dans les aciers et il ne nous semble pas nécessaire de considérer une certaine distorsion de l'interface austénite-martensite. Néanmoins, un meilleur accord est possible en utilisant les valeurs des paramètres de l'austénite et de la martensite mesurées à la température de transformation. Nous relierons, dans le chapitre VI, ces fluctuations des paramètres au paramètre $\underline{\delta}$ utilisé par Bowles et Mackenzie (19) pour expliquer, de façon plus satisfaisante, la transformation $\{3\ 10\ 15\}_\gamma$.

2 - Etude matricielle

Le programme réalisé et décrit précédemment est évidemment valable dans le cas d'un seul cisaillement à réseau invariant. Il suffit alors d'annuler l'amplitude g_2 du second cisaillement complémentaire S_2 . La déformation à plan invariant s'écrit : $F = RBS_1$.

Les éléments nécessaires au calcul matriciel sont identiques à ceux utilisés pour l'analyse stéréographique : paramètres des deux phases et éléments du cisaillement de maillage.

Les résultats obtenus sont comparés aux résultats expérimentaux dans le tableau VI.

TABLEAU VI

	Résultats théoriques	Résul. expérimentaux
F	0,993813 - 0,028800 - 0,020587 0,023975 1,111609 0,079781 - 0,020589 - 0,095846 0,931486	non déterminée
$\vec{h}$	(0,17215 ; 0,80138 ; 0,57284)	(0,1738 ; 0,8501 ; 0,4971)
μ	0,18706	compris entre 0,16 et 0,22
g_1	0,226248	non déterminée
ΔV	1,034	1,03
RB	1,108566 - 0,028802 0,094165 0,017661 1,111609 0,073467 - 0,128291 - 0,095846 0,823783	non déterminée
θ	0°23	voisin de 0°
ψ	2°92	compris entre 2° et 3°

CHAPITRE VI

ETUDE DE L'EVOLUTION DES PLANS D'ACCOLEMENT ET DES RELATIONS D'ORIENTATION QUI Y SONT ASSOCIEES.

I - ETUDE CRITIQUE DE LA TRANSFORMATION $\{225\}_\gamma$ PROPOSEE PAR ROSS ET CROCKER (65).

La transformation $\{225\}_\gamma$ observée habituellement dans les aciers non alliés à bas carbone, c'est-à-dire dont la composition pondérale en carbone n'excède pas 1,4 %, a fait l'objet de nombreux travaux (56, 72, 73).

Afin d'expliquer le plan d'accrolement $\{225\}_\gamma$ et dans l'hypothèse d'un double cisaillement à réseau invariant, Ross et Crocker (65) étudient les mécanismes associant au maillage principal $(112)_\alpha$, $[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$, différents glissements ou maillages sur des plans $(hkl)_\alpha$, en zone avec la direction $[111]_\alpha$. Ils prévoient ainsi deux processus où le cisaillement de maillage $(112)_\alpha$, $[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$, est précédé par :

- un glissement $(01\bar{1})_\alpha$, $[1\bar{1}\bar{1}]_\alpha$, (Processus I)
- un maillage $(\bar{1}12)_\alpha$, $[1\bar{1}1]_\alpha$, (Processus II)

Les résultats donnés par le calcul matriciel sont rassemblés dans le tableau VI.

Ces mécanismes donnent tous les deux des résultats cristallographiques en bon accord avec les données expérimentales.

Dans le cas du mécanisme II, il semble difficile d'expliquer les raisons physiques pour lesquelles le maillage complémentaire $(\bar{1}12)_\alpha$, $[1\bar{1}1]_\alpha$, se superpose au maillage principal généralement admis $(112)_\alpha$, $[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$. Énergétiquement, il ne semble pas favorisé ; cristallographiquement les plans et les directions sont équivalents.

Bien qu'aucune preuve expérimentale ne puisse l'affirmer, le processus I est plus réaliste. A la température à laquelle s'effectue le cisaillement martensitique, le glissement $(01\bar{1})_\alpha$, $[1\bar{1}\bar{1}]_\alpha$, est plus probable. Enfin, ce mécanisme est à rapprocher de celui que nous avons mis en évidence dans le processus de formation d'une martensite à plan d'accolement $\{132\}_\gamma$. Le maillage $(011)_\alpha$, $[01\bar{1}]_\alpha$, dont nous avons montré l'existence est, sur le plan mathématique, équivalent à deux glissements de même amplitude mais dans des directions $[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$, et $[1\bar{1}\bar{1}]_\alpha$, dans un plan $(011)_\alpha$.

II - ESSAIS D'INTERPRETATION DU PASSAGE D'UN TYPE DE PLAN D'ACCOLEMENT A UN AUTRE

Il apparaît que les différents plans d'accolement et que les relations d'orientation associées sont fonction de la température à laquelle la martensite s'est formée. La température est un paramètre important ; néanmoins, il est difficile de dissocier son effet de celui de la composition de l'alliage qui conditionne la température de début de transformation martensitique de l'austénite.

En schématisant, nous pouvons considérer différents domaines :

- à basse température : la martensite est totalement maillée. Le seul cisaillement à réseau invariant est $(112)_\alpha$, $[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$. Le plan d'accolement est voisin de $\{3\ 15\ 10\}_\gamma$ et les relations d'orientation qui y sont associées sont celles de Greninger-Troiano.

TABLEAU VI

	PROCESSUS I	PROCESSUS II
F	$\begin{pmatrix} 0,964605 & - 0,074092 & - 0,036031 \\ 0,047510 & + 1,099453 & + 0,048364 \\ 0,025168 & - 0,052683 & 0,974380 \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} 0,980529 & - 0,043783 & - 0,020658 \\ 0,037219 & 1,083711 & 0,039488 \\ -0,024255 & - 0,054553 & 0,974265 \end{pmatrix}$
$\vec{h}$	(0,394728 ; 0,826276 ; 0,401817)	(0,373080 ; 0,839122 ; 0,394832)
$\vec{d}$	(-0,549870 ; 0,738086 ; - 0,390988)	(-0,401420 ; 0,767322 ; - 0,500073)
μ	0,163074	0,130010
g_1	0,037181	0,061699
g_2	0,29000	0,25800
RB	$\begin{pmatrix} 1,107541 & - 0,075763 & 0,110248 \\ 0,069862 & 1,116876 & 0,035870 \\ 0,152054 & - 0,038693 & 0,819512 \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} 1,108775 & - 0,044652 & - 0,107873 \\ 0,032770 & 1,115925 & 0,067257 \\ -0,148970 & - 0,086294 & 0,817811 \end{pmatrix}$
θ	1°5	1°8
φ	1°5	0°2

TABLEAU VII

Température °C (à titre indicatif)	- 196	- 20	+ 80	+ 250	+ 400
Premier cisaillement	$(112)_{\alpha}$, $[\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha}$	$(112)_{\alpha}$, $[\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha}$	$(011)_{\alpha}$, $[0\bar{1}\bar{1}]_{\alpha}$ ou deux glissements équivalents	$(011)_{\alpha}$, $[0\bar{1}\bar{1}]_{\alpha}$ ou deux glissements équivalents	$(011)_{\alpha}$, $[\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha}$
Second cisaillement		$(011)_{\alpha}$, $[0\bar{1}\bar{1}]_{\alpha}$	$(112)_{\alpha}$, $[\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha}$		
Type de plan d'accroissement	$\{3\ 15\ 10\}$	$\{295\}$	$\{252\}$	$\{111\}$	$\{254\}$ ou $\{253\}$
Microstructure apparente	totalément maclée		martensite aciculaire partiellement maclée		martensite en lattes dislocations
					ferrite lenticulaire dislocations

- aux températures voisines de la température ambiante : la structure interne est complexe ; nous avons mis en évidence un double cisaillement $(112)_{\alpha}$, $[\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha}$, suivi de $(011)_{\alpha}$, $[01\bar{1}]_{\alpha}$. Le plan d'accrolement est du type $\{259\}_{\gamma}$ et les relations d'orientation sont intermédiaires entre celles de Nishiyama-Wasserman et celles de Kurdjumov-Sachs.

- aux températures supérieures à la température ambiante : il semble que le cisaillement sur le plan $(011)_{\alpha}$, soit prédominant. Nous avons insisté sur le fait que ce cisaillement pouvait être un maillage $(011)_{\alpha}$, $[01\bar{1}]_{\alpha}$, ou deux glissements $(011)_{\alpha}$, $[\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha}$ et $(011)_{\alpha}$, $[1\bar{1}1]_{\alpha}$ de même amplitude. Le second cisaillement à réseau invariant est le maillage classique $(112)_{\alpha}$, $[\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha}$. Dans ce domaine de températures, le plan d'accrolement est $\{225\}_{\gamma}$ et les relations d'orientation sont celles de Kurdjumov-Sachs.

- dans le domaine de températures situé juste au-dessous du domaine bainitique, et cela concerne les aciers à très bas carbone, les résultats sont confus. Entwistle (74) prouve néanmoins l'existence d'un plan d'accrolement du type $\{111\}_{\gamma}$. Ce plan d'accrolement est prévu en utilisant dans l'analyse matricielle un cisaillement à réseau invariant $(011)_{\alpha}$, $[01\bar{1}]_{\alpha}$, (74) ou la combinaison de deux glissements qui lui sont équivalents. La martensite ne contient pas de traces évidentes de maillage, par contre elle présente un réseau de dislocations très dense ; ce fait tend à confirmer l'hypothèse du double glissement.

- dans le domaine bainitique, le glissement est certainement le mode de transformation le plus probable. Les plans d'accrolement, déterminés expérimentalement, sont voisins de $\{253\}_{\gamma}$ (75) ou de $\{254\}_{\gamma}$ (76). J.M. Schissler (38) a montré que la ferrite bainitique présente une densité élevée de dislocations. Il explique la formation de cette phase par la formation initiale d'une martensite très fine dont l'existence est fugace. Le processus répétitif est modulé par le transfert du carbone de l'ex-martensite vers l'austénite environnante. Le cisaillement complémentaire nécessaire à la formation de cette martensite est un glissement du type $(011)_{\alpha}$, $[\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha}$, associé à un rapport d'axes $\frac{c}{a} = 1,074$ à 420°C .

Le tableau VII résume ces différentes possibilités en fonction de la température.

que, dans notre alliage Fe-Ni-C, la température M_s de début de formation de la martensite est très peu supérieure à la température ambiante à laquelle la transformation prend fin. Ainsi, toutes les aiguilles de martensite se forment dans un domaine de température restreint ce qui n'entraîne pas de variations notables des paramètres a et c donc des distorsions principales.

Dans le cas où le domaine de formation des aiguilles est important, il faut considérer les paramètres réels de la martensite à la température à laquelle elle se forme. De plus, la dilatation de la martensite n'est pas isotrope ; les coefficients de dilatation sont différents suivant les axes a ou b et c (38). La correction des distorsions principales devra donc être différente sur η_1 ou η_2 et η_3 . A cet égard, nous sommes assuré, que le dilatomètre réticulaire tout récemment mis au point dans notre laboratoire par A. Pianelli nous permettra de confirmer cette hypothèse.

Les températures ne sont données qu'à titre indicatif. Il faut dans chaque cas tenir compte des températures réelles de transformation qui sont évidemment différentes suivant les alliages considérés. Mais l'observation de ce tableau permet d'expliquer la présence simultanée des plans d'accolement $\{225\}_\gamma$ et $\{259\}_\gamma$ dans l'alliage étudié par Mehl et Van Vinkle (22) où l'austénite a une température de début de transformation voisine de 150°C. A cette température, le mode de transformation est $(011)_\alpha$, $[01\bar{1}]_\alpha$, suivi de $(112)_\alpha$, $[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$; le plan d'accolement est alors $\{225\}_\gamma$. La température s'abaisse jusqu'à la température ambiante, les dernières aiguilles se forment donc par un double cisaillement $(112)_\alpha$, $[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$, suivi de $(011)_\alpha$, $[01\bar{1}]_\alpha$; le plan d'accolement sera alors $\{259\}_\gamma$. A des températures moyennes, entre ces deux extrêmes, les plans d'accolement $\{225\}_\gamma$ et $\{259\}_\gamma$ sont également probables.

III - INFLUENCE DE L'ETENDUE DU DOMAINE DE TEMPERATURES DANS LEQUEL EST FORMEE

LA MARTENSITE

La dispersion des pôles des plans d'accolement autour des positions moyennes n'est pas un effet lié à des imprécisions expérimentales. Otte et Read (77) montrent que la dispersion observée est inhérente à la transformation; elle peut cependant être réduite en choisissant la trace du "midrib" comme interface et non le bord de la plaquette de martensite (78).

Bowles et Mackenzie (19) tentent d'expliquer ce phénomène en supposant que l'interface est localement distordu. Mathématiquement, ils traduisent ce fait en introduisant un paramètre δ dans l'équation principale qui s'écrit alors $F = \delta RBP$. Ce paramètre est simplement un facteur, variant entre 1 et 1,006, qui corrige en fait les valeurs des distorsions principales.

Nous pensons que cette correction des distorsions principales η_i s'explique mieux en considérant que les aiguilles de martensite se forment généralement dans un domaine de température assez grand. Nous n'avons pas relevé une dispersion importante, elle reste toujours inférieure à 2°. Cela tient à ce

CONCLUSIONS

Nous avons observé la structure fine des martensites formées après trempe dans deux alliages ternaires hypereutectoïdes Fe-C-X dont l'un contient 1,1 % de carbone et 10 % de nickel et l'autre 1,1 % de carbone et 3,9 % de silicium.

Dans le cas de l'alliage Fe-C-Ni, l'examen de lames ultra-minces par microscopie électronique et microdiffraction des électrons nous a permis de relever des relations d'orientation proches de celles de Kurdjumov-Sachs entre l'austénite non transformée et la martensite. Le plan d'accolement est irrational et proche de $(132)_\gamma$. Nous avons pu mettre en évidence une structure martensitique partiellement maclée dont les défauts plans présentent une morphologie d'aspect complexe. Une analyse des traces montre que dans ces zones, proches du midrib, il y a coexistence de deux systèmes de maclage : $(112)_{\alpha'}$ et $(011)_{\alpha'}$. Après avoir effectué une étude théorique de tous les mouvements d'atomes survenant en cours de maclage dans une martensite quadratique, nous avons pu en conclure que les deux cisaillements complémentaires observés expérimentalement étaient les seuls énergétiquement possibles.

L'analyse stéréographique de tous les clichés de microdiffraction des électrons permet d'interpréter entièrement ces derniers et met en relief la succession des deux mouvements à réseau invariant déjà cités : cisaillement de maclage S_1 sur un plan $(112)_{\alpha'}$, suivi du cisaillement de maclage S_2 sur un plan $(011)_{\alpha'}$.

Nous avons pu confirmer l'analyse mathématique de Ross et Crocker (65) représentative du mécanisme global de la formation de martensite. La transformation martensitique "F" est composée des séquences suivantes : rotation de corps rigide "R",

de l'intervalle de température entre M_s et 20°C . En effet, dès l'entrée dans le domaine $M_s - M_f$, les aiguilles de martensite vont se former dans des conditions variables puisque les valeurs des paramètres cristallins vont évoluer.

déformation de Bain "B" double cisaillement complémentaire " $S_2 - S_1$ " l'ensemble étant de la forme $F = RBS_2S_1$. Connaissant les paramètres cristallins des phases mère et produit ainsi que les déformations S_2 et S_1 , nous avons effectivement retrouvé les relations d'orientation et le plan d'accrolement expérimentaux.

Dans le cas de l'alliage Fe-C-Si, nous avons observé la martensite formée à partir de l'austénite post-bainitique sursaturée en carbone dont la température M_s est égale à -130°C . L'étude d'une martensite de ce type n'avait jamais pu être entreprise auparavant. Par microscopie électronique, microdiffraction des électrons et analyse stéréographique, nous avons mis en évidence la présence d'un seul maillage $(112)_\alpha$. Les relations d'orientation sont celles de Greninger-Troiano et le plan d'accrolement irrationnel est très proche de $(3\ 15\ 10)_\gamma$. Nous avons pu transposer le modèle mathématique à ce cas particulier. En effet, l'analyse matricielle de la transformation est conforme aux résultats expérimentaux ; elle montre que l'absence de maillage $(011)_\alpha$, et la présence du maillage $(112)_\alpha$, entraînent nécessairement l'existence d'un plan d'accrolement et des relations d'orientation identiques aux observations expérimentales.

Ayant ainsi démontré la validité du processus mathématique, nous avons expliqué les divers résultats présentés à ce jour par les auteurs ayant approfondi l'étude des martensites dans les aciers au carbone. Nous avons interprété non seulement l'évolution continue des plans d'accrolement suivant $\{111\}_\gamma$, $\{252\}_\gamma$, $\{295\}_\gamma$, $\{132\}_\gamma$, $\{3\ 15\ 10\}_\gamma$ mais aussi la transition des relations d'orientation Kurdjumov-Sachs à Wassermann-Nishiyama en passant par Greninger-Troiano. Ces variations sont dues essentiellement aux fluctuations des températures M_s de début de formation de martensite qui sont liées surtout au taux de carbone. De fait, l'ordre et la nature des cisaillements complémentaires sont de première importance et sont responsables des changements de plan d'accrolement et des relations d'orientation.

Nous avons également pu déterminer le paramètre qui influençait la dispersion des résultats expérimentaux. Il s'agit de l'amplitude

BIBLIOGRAPHIE

- (1) H.M. HOWE *The Metallurgy of Steel, The Scientific Publis. Co ; New-York & London (1890)*
- (2) H.M. HOWE *Iron and Steel and other Alloys, publis. by A. Sauveur, Cambridge 1st ed.1903*
- (3) R.A. GRANGE & H.M. STEWART *Trans. AIME (1946), 167, 467*
- (4) PAYON & SAWAGE *Trans. AIME (1946), 33, 261*
- (5) NEHRENBURG *Trans. AIME (1946), 167, 494*
- (6) W. STEVEN & A.G. HAYNES *J.I.S.I. (1956), 183, 349*
- (7) M.R. MEYERSON & S.J. ROSENBERG *Trans. ASM (1954) 56, 1225*
- (8) M.G.H. WELLS *J.I.S.I. (1961), 198, 173*
- (9) H.R. WOEHRLE, W.R. CLOUGH & G.S. ANSELL *Trans. ASM quart (1966) 59, 784*
- (9') G.S. ANSELL, S.J. DONOCHIE & R.W. MESSLER *Spring Meeting of the Metallurgical Society of Aime May 1970 - Las Vegas*
- (10) E.C. BAIN *Trans. AIME, (1924), 70, 123*
- (11) G. KURDJUMOV & G. SACHS *Z. Physik (1930), 64, 325*
- (12) A.B. GRENINGER & A.R. TROIANO *Trans. AIME (1941), 145, 91*
- (13) A.B. GRENINGER & A.R. TROIANO *Trans. AIME (1949), 185, 590*
- (14) M.A. JASWON & J.A. WHEELER *Acta Cryst. (1948), 1, 216*
- (15) M.S. WECHSLER, D.S. LIEBERMAN & T.A. READ *Trans. AIME (1953), 197, 1503*
- (16) M.S. WECHSLER, D.S. LIEBERMAN & T.A. READ *Trans. AIME (1954), 200, 680*
- (17) J.S. BOWLES & J.K. MACKENZIE *Acta Met. (1954), 2, 129*
- (18) J.S. BOWLES & J.K. MACKENZIE *Acta Met. (1954), 2, 138*
- (19) J.S. BOWLES & J.K. MACKENZIE *Acta Met. (1954), 2, 224*
- (20) H. SUZUKI *Sci. Rep. Res. I. Tohoku Univ. A6(1954) 30*
- (21) F.C. FRANCK *Acta Met. (1952), 1, 15*
- (22) R.F. MEHL & D.M. VAN VINKLE *Rev. Mét. L., (1953) 7, 465*
- (23) W. PITSCH *J. Inst. Metals (1958) 87, 444*
- (24) P.M. KELLY & J. NUTTING *J. Iron Steel I. (1959) 192, 246*
- (25) P.M. KELLY & J. NUTTING *Proc. Roy. Soc. (1960), 2 59 A, 45*

- (52) M. OKA & C.M. WAYMAN *Trans. ASM* (1969), 62, 820
- (53) Z. NISHIYAMA & K. SHIMIZU *Bul. Jap. Inst. Metals* (1963), 2, 152
- (54) WELLS *Acta Met.* (1964), 12, 389
- (55) M. WATANABE & C.M. WAYMAN *Met. Trans.*, *Ang* (1971), 2 (8) 2221
- (56) K. SHIMIZU, M. OKA & C.M. WAYMAN *Acta. Met.* (1971) 19, 1
- (57) R.W. CAHN *Acta. Met.* (1953), 1, 49
- (58) J.S. BOWLES *Trans. AIME* (1950), 188, 1478
- (59) I. TAMURA, H. YOSHIMURA,
& N. IWASAKI *Met. Inst. Sci. Ind. Res. Osaka Univ.*
(1965) 22, 41
- (60) R. BULLOUGH & B.A. BILBY *Proc. Phys. Soc.* (1956) 69 B, 1276
- (61) M. AHLERS *Scripta Met.* (1968) 2, 529
- (62) D.S. LIEBERMAN *Acta Met.* (1966) 14, 1723
- (63) J.S. BOWLES & D.P. DUNNE *Acta Met.* (1969), 17, 912
- (64) A.F. ACTON & M. BEVIS *Mater. Sci. Eng* (1969/70) 5, 19
- (65) N.H.D. ROSS & A.G. CROCKER *Acta. Met.* (1970) 18, 405
- (66) D.S. LIEBERMAN *Acta Met.* (1958), 6, 680
- (67) S.D. CONTE *Elementary Numerical Analysis* Ed. Mc Graw Hill
- (68) J.M. SCHISSLER & G. METAUER *C. R. Ac. Sc.* (1970) 270, 1162
- (69) G.D. PAPADIMITRIOU *D.E.A. Chim. Minér. & Métall. Nancy*, (1970)
- (70) B. MIGNOT *C.R.Ac. Sc.* 270 (1970) 1945
- (71) M.S. WESCHLER *Acta Met.* 7 (1959) 793
- (72) S. JANA *Met. Trans.* 1, 10 (1970) 2825
- (73) G. THOMAS *Met. Trans.* 2, 9 (1971) 2373
- (74) ENTWISLE, J.W. CHRISTIAN *The Theory of transformations in Metals and Alloys* p. 876
- (75) J.M. SCHISSLER, G. METAUER *C.R. Ac. Sc.* 270 (1970) 1785
- (76) J.R. SRINIVASAN, C.M. WAYMAN *Acta Met.* 16 (1968) 608
- (77) H.M. OTTE T.A. READ *Trans. AIME* 209 (1957) 412
- (78) J.F. BREEDIS, C.M. WAYMAN *Trans. AIME* 224 (1962) 1128
- (79) E.C. BAIN, H.W. PAXTON *Les éléments d'addition dans l'acier*
Ed. Dunod, Paris
- (80) E. von SCHURMANN, J. von HIRSCH *Giesserei* 1 (1966) 1, 16

- (26) C.M. WAYMAN *Recents Develop. in Diffract. Methods in Sci. Proc. Nato Int Summer School, Antwerp Belgium, 187 North Holland Publ. The Netherlands (1970)*
- (27) K. SHIMIZU, M. OKA & C.M. WAYMAN *Acta. Met. (1970) 18, 1025*
- (28) C.L. MAGEE *Phase Transformation p. 115 ASM, Metals Park, Ohio (1970)*
- (29) G. THOMAS *Transmission Electron Microscopy of Metals, Wiley, New-York (1962)*
- (30) G. THOMAS *Trans. TMS AIME (1965) 223, 1608*
- (31) G. THOMAS *idem 26, 131*
- (32) S.K. DAS & G. THOMAS *Trans. ASM (1969) 62, 659*
- (33) P.B. HIRSCH, A. HOWIE, R.B. NICHOLSON, D.W. PASHLEY & M.J. WHELAN *Electron Microscopy of Thin Crystals, Butterworths, London, (1965)*
- (34) J. NUTTING *J. Iron Steel Inst. (1969) 6, 872*
- (35) J.S. BOWLES, J.K. MACKENZIE *Acta. Met. (1954) 130-147, 224-234, 2*
- (36) M. OKA & C.M. WAYMAN *Trans. AIME (1969), 62, 370*
- (37) J.M. SCHISSLER *Communication privée*
- (38) J.M. SCHISSLER *Thèse, Nancy, Janvier 1972*
- (39) *Metallographic Reagents for non and Steel Method Progres, Aout 1970, 87*
- (40) Publications de l'I.R.S.I.D. *Courbes de transformation des aciers*
- (41) C.S. ROBERTS *Trans. TMS AIME (1953), 197, 203*
- (42) L. ZWELL *Trans. TMS AIME (1969), 245, 1834*
- (43) B. CLOSSET *D.E.A. Chimie Miné. & Métallurg., Nancy (1970)*
- (44) Z. NISHIYAMA *Sc. Rep. Tohoku Univ. (1934) 23, 638*
- (45) P.S. KOTVAL & R.W.K. HONEYCOMBE *Acta. Met. (1968), 16, 597*
- (46) C. LAIRD & H.I. AARONSON *Acta. Met. (1967) 15, 73*
- (47) H. VARLIMONT *Met. Trans. (1971), 2, 1847*
- (48) A.G. KHACHATURYAN *Phys. Met. Metalloved (1968), 26, 973*
- (49) A. JOHARI & G. THOMAS *The stereographic projection and its applications Ed. Intersciences (1969)*
- (50) W.G. BURGERS *The mechanism of phase transformations in crystal. solids. Institute of Metals. Monog. n° 33 London (1969)*
- (51) J.M. CHRISTIAN *The mechanism of phase transformations in crystal. solids. Institute of Metals. Monog. n° 33 London (1969)*

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION	1
CHAPITRE I TECHNIQUES EXPERIMENTALES	13
I - <u>Elaboration des alliages</u>	13
II - <u>Traitements thermiques</u>	15
1 - Austénitisation et homogénéisation	15
2 - Trempe	16
III - <u>Observations microscopiques</u>	17
1 - Microscopie optique	17
2 - Microscopie électronique	18
IV - <u>Etude des phases en présence</u>	18
1 - Diffraction des rayons X	18
2 - Microscopie électronique	19
V - <u>Projection stéréographique</u>	19
VI - <u>Traitement automatique de l'information</u>	20
CHAPITRE II ETUDE DE LA MARTENSITE DANS L'ALLIAGE Fe-9,80 % Ni - 1,15 % C	
I - <u>Détermination de la température de début de transformation martensitique</u>	21
II - <u>Etude radiocristallographique des phases en présence</u> .	23
III - <u>Etude au microscope métallographique</u>	25
1 - Mise en évidence d'une déformation à plan invariant	25
2 - Morphologie de la martensite	27

CHAPITRE IV ETUDE ANALYTIQUE DE LA TRANSFORMATION MARTENSITIQUE 71

I - <u>Position du problème</u>	71
1 - Rappel des théories actuelles	71
2 - Utilisation des données expérimentales	75
3 - Possibilité d'une étude stéréographique	76
II - <u>Analyse matricielle de la transformation</u>	77
1 - Mise en équation de la transformation	78
a) Notations utilisées	78
b) Calcul des amplitudes critiques g' et g'' du premier cisaillement S_1	79
c) Détermination de la normale h au plan d'accrolement	79
d) Détermination de la matrice F représentant la déformation totale	82
e) Détermination des relations d'orientation entre l'austénite mère et le produit	84
2 - Réalisation d'un programme de calcul sur ordinateur ..	84
3 - Influence de l'amplitude du second cisaillement	87
a) Détermination du sens du second cisaillement suivant la direction $\langle 01\bar{1} \rangle_{\alpha'}$	88
b) Influence sur la position du plan d'accrolement ..	89
c) Influence sur les relations d'orientation	89
4 - Influence des distorsions principales	92
a) Influence sur le plan d'accrolement	93
b) Influence sur les relations d'orientation	96
5 - Influence de l'ordre des deux cisaillements	96
6 - Etude géométrique des ellipsoïdes de déformation	97
7 - Comparaison avec les résultats expérimentaux	99
a) Séquence des cisaillements	100
b) Amplitude des cisaillements. Relation entre l'amplitude et la fraction de cristal maclé	100

IV - <u>Etude par microscopie électronique et microdiffraction des électrons</u>	29
1 - Observation au microscope à balayage	29
2 - Morphologie des différentes phases	30
a) <i>Austénite résiduelle</i>	30
b) <i>Martensite</i>	32
c) <i>Interface α' - γ</i>	34
3 - Etude par microdiffraction des électrons	35
a) <i>Détermination des relations entre l'austénite non transformée et la martensite</i>	35
b) <i>Relations d'orientation entre deux aiguilles de martensite adjacentes</i>	39
c) <i>Détermination du plan d'accolement</i>	40

CHAPITRE III	ANALYSE DE LA STRUCTURE INTERNE DES AIGUILLES DE MARTENSITE AU VOISINAGE DU MIDRIB	45
I - <u>Mise en évidence d'une structure complexe</u>		45
II - <u>Etude géométrique des systèmes de maclage</u>		50
1 - Définition géométrique du maclage		50
2 - Etude du maclage $\{112\}$		51
a) <i>Maclage $(112) [\bar{1}\bar{1}1]$</i>		51
b) <i>Maclage $(112) [11\bar{1}]$</i>		53
c) <i>Etude stéréographique</i>		56
3 - Etude du maclage $\{011\}$		56
a) <i>Maclage $(011) [0\bar{1}1]$</i>		58
b) <i>Maclage $(011) [01\bar{1}]$</i>		61
c) <i>Etude stéréographique</i>		61
4 - Etude stéréographique de l'influence du maclage $(011)_{\alpha'}$ sur le maclage $(112)_{\alpha'}$		61
5 - Conclusions partielles		63
III - <u>Etude par microdiffraction des électrons</u>		63
IV - <u>Absence du maclage $(121)_{\alpha'}$</u>		68

NOM DE L'ETUDIANT : METAUER Gérard

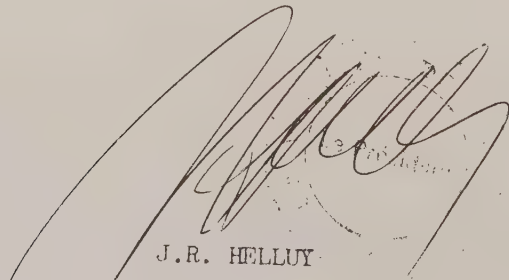
Nature de la thèse : Doctorat ès Sciences Appliquées

Vu, Approuvé

et permis d'imprimer

NANCY, le 22 12 1972

Le Président du Conseil de l'Université de NANCY I



J.R. HELLUY

CHAPITRE V - ETUDE DE LA MARTENSITE DANS UN ALLIAGE Fe 1,1 % C - 3,9 % Si ... 105

I - <u>Choix de l'alliage</u>	105
II - <u>Détermination de la température M_s de l'austénite enrichie</u>	107
III - <u>Etude de la martensite</u>	108
1 - Micrographie optique	108
2 - Diffraction des rayons X	109
3 - Etude par microscopie électronique et microdiffraction des électrons	110
a) Morphologie des différentes phases	110
b) Détermination des relations d'orientation	112
c) Plan d'accolement entre l'austénite sursaturée et la martensite	114
d) Etude de la structure interne des aiguilles ...	114
IV - <u>Etude analytique de la transformation</u>	116
1 - Etude stéréographique	116
2 - Etude matricielle	120

CHAPITRE VI - ETUDE DE L'EVOLUTION DES PLANS D'ACCOLEMENT ET DES RELATIONS

<u>D'ORIENTATION QUI Y SONT ASSOCIEES</u>	123
I - <u>Etude critique de la transformation $\{225\}_\gamma$ proposée par Ross et Crocker</u>	123
II- <u>Essais d'interprétation du passage d'un type de plan d'acco- lement à un autre</u>	125
III <u>Influence de l'étendue du domaine de températures dans le- quel est formée la martensite</u>	128

CONCLUSIONS 131

BIBLIOGRAPHIE

